GUIA NACIONAL DE COLETA E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

ÁGUA, SEDIMENTO, COMUNIDADES AQUÁTICAS E EFLUENTES LÍQUIDOS



2ª EDIÇÃO

CETESB

ANA
AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS E SANEAMENTO BÁSICO

GUIA NACIONAL DE COLETA E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

ÁGUA, SEDIMENTO, COMUNIDADES AQUÁTICAS E EFLUENTES LÍQUIDOS

2ª EDIÇÃO

República Federativa do Brasil
Luiz Inácio Lula da Silva
Presidente da República

Ministério da Integração e do Desenvolvimento Regional
Waldez Góes
Ministro

Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico

Diretoria Colegiada
Veronica Sánchez da Cruz Rios (Diretora-Presidente)
Maurício Abijaodi
Ana Carolina Argolo
Filipe de Mello Sampaio Cunha
Nazareno Araújo (Interino)

Governo do Estado de São Paulo
Tarcísio de Freitas
Governador do Estado de São Paulo

Secretaria do Meio Ambiente, Infraestrutura e Logística
Natália Resende
Secretária de Estado

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
Thomaz Miazaki de Toledo
Diretor-Presidente

Diretoria de Gestão Corporativa
Liv Nakashima Costa
Diretora

Diretoria de Controle e Licenciamento Ambiental
Adriano Rafael Arrepia de Queiroz
Diretor

Diretoria de Engenharia e Qualidade Ambiental
Carolina Fiorillo Mariani
Diretora

Diretoria de Avaliação de Impacto Ambiental
Mayla Matsuzaki Fukushima
Diretora

Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico
Ministério da Integração e do Desenvolvimento Regional
Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

GUIA NACIONAL DE COLETA E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS

ÁGUA, SEDIMENTO, COMUNIDADES AQUÁTICAS E EFLUENTES LÍQUIDOS

2ª EDIÇÃO

Brasília – DF
ANA
2023

© 2023, Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA)

Setor Policial, Área 5, Quadra 3, Edifício Sede, Bloco M.
CEP: 70610-200, Brasília – DF
PABX: (61) 2109-5400 / (61) 2109-5252
Endereço eletrônico: https://www.gov.br/ana/pt-br

Comitê de Editoração
Joaquim Guedes Correa Gondim Filho (Coordenador)
Humberto Cardoso Gonçalves
Luciano Meneses Cardoso da Silva
Nazareno Marques de Araújo (Secretário Executivo)

Equipe editorial
Supervisão de edição:
Renan Lourenço Oliveira Silva (CETESB)
Maurrem Ramon Vieira (ANA)
Jorge Thierry Calasans (ANA)

© CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo, 2023

Av. Professor Frederico Hermann Júnior, 345, Alto de Pinheiros
CEP: 05459-900, São Paulo – SP
Endereço eletrônico: www.cetesb.sp.gov.br

Elaboração dos originais:
CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

Revisão dos originais:
CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo

Projeto gráfico / Capa / Diagramação:
Ladislau Lima

Fotografias:
Banco de imagens da CETESB

Todos os direitos reservados.
É permitida a reprodução de dados e de informações contidos nesta publicação, desde que citada a fonte.

Esta publicação tem a cooperação da UNESCO no âmbito do Projeto 586RLA2001 "Cooperação Sul-Sul para o fortalecimento da gestão integrada e do uso sustentável dos recursos hídricos no contexto dos países da América Latina e Caribe e da Comunidade dos Países de Língua Portuguesa (CPLP)", o qual tem o objetivo de Contribuir com o fortalecimento da gestão integrada e do uso sustentável dos recursos hídricos nos países da América Latina e Caribe e da Comunidade dos Países de Língua Portuguesa (CPLP). As indicações de nomes e a apresentação do material ao longo deste livro não implicam a manifestação de qualquer opinião por parte da UNESCO a respeito da condição jurídica de qualquer país, território, cidade, região ou de suas autoridades, tampouco da delimitação de suas fronteiras ou limites. As ideias e opiniões expressas nesta publicação são as dos autores e não refletem obrigatoriamente as da UNESCO nem comprometem a Organização.

Catalogação na fonte: CEDOC/BIBLIOTECA

C737g C737g Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (Brasil).

Guia nacional de coleta e preservação de amostras : água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos / Companhia Ambiental do Estado de São Paulo ; Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico ; Organizadores: Renan Lourenço de O. Silva ... [et al.] . – 2. ed. – São Paulo : CETESB ; Brasília: ANA, 2023.
456 p. : il.

ISBN: 978-65-88101-48-3 (Digital)
ISBN: 978-65-88101-50-6 (Impresso)

1. Água. 2. Monitorização Ambiental. 3. Amostragem (Estatística). I. Título. II. Silva, Renan Lourenço de O. III. Botelho, Maria Janete Coelho. IV. Sato, Maria Inês Zanoli. V. Lamparelli, Marta Condé.

CDU 556.043(81)(058)

Elaborada por Fernanda Medeiros – CRB-1/1864

ORGANIZADORES, AUTORES E COLABORADORES

CETESB – COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO

Organizadores

Renan Lourenço de O. Silva
Marcia Janete Coelho Botelho (consultora externa)
Maria Inês Zanoli Sato
Marta Condé Lamparelli

Autores

Departamento de Análises Ambientais
Maria Inês Zanoli Sato

Divisão de Amostragem
Carlos Jesus Brandão
Renan Lourenço de O. Silva

Divisão de Análises Físico-Químicas
Maria Yumiko Tominaga

Divisão de Análises Hidrobiológicas
Marta Condé Lamparelli

Divisão de Laboratório de Taubaté
Cely Roledo

Divisão de Microbiologia e Parasitologia
Mikaela Renata F. Barbosa
Solange Rodrigues Ramos

Divisão de Toxicologia Humana e Saúde Ambiental
Deborah Arnsdorff Roubicek

Setor de Águas Interiores
Beatriz Durazzo Ruiz
Carmen Lúcia V. Midaglia

Setor de Águas Litorâneas
Aparecida Antônia C. Camolez
Cláudia Condé Lamparelli
Felipe Bazzo Tomé
Karla Cristiane Pinto

Setor de Análises Toxicológicas
Daniela Dayrell França
Gilson Alves Quináglia
Walace Anderson A. Soares

Setor de Atendimento a Emergências
Alexandre Ferrante
Carlos Ferreira Lopes
Sérgio Greif

Setor de Comunidades Aquáticas
Adriana Castilho R. de Deus
Ana Maria Brockelmann
Denise Amazonas Pires
Guiomar Johnscher Fornasaro
Helena Mitiko Watanabe
Helio Rubens Victorino Imbimbo
Luciana Haipek Mosolino Lerche
Maria do Carmo Carvalho
Mônica Luisa Kuhlmann

Setor de Ecotoxicologia Aquática
William Viveiros

Setor de Hidrologia
Luis Altivo Carvalho Alvim
Vinicius Marques da Silva

Setor de Qualidade das Águas Subterrâneas e do Solo
Fabiano Fernandes Toffoli
Rosângela Pacini Modesto

Setor de Química Inorgânica
Eleine Bolstelmann

Francisco Jorge Ferreira
Gustavo Barbosa Ferreira

Setor de Química Orgânica
Camila Rodrigues da Silva

Setor de Toxicologia e Genotoxicidade
Flavia Mazzini Bertoni
Simone Harue Kimura Takeda

Autora Convidada
Instituto de Pesquisas Ambientais
Carla Ferraguti

Colaboradores
Divisão de Amostragem
Alex Miranda Silva
Claudio Santos Sorc
Vanderlei A. Queiroz
Venício Pedro Ribeiro

Divisão de Laboratório de Cubatão
Alexandre de Oliveira

Setor de Hidrologia
Miguel Monteiro

ANA – AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS E SANEAMENTO BÁSICO

Organizadores
Humberto Cardoso Gonçalves
Jorge Thierry Calasans
Maurrem Ramon Vieira

Colaboração Técnica
Marcelo Jorge Medeiros
Maurrem Ramon Vieira
Wesley Gabrieli de Souza

AGRADECIMENTOS

A Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA) agradece a todos que contribuíram para este documento, em especial:

– à Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB), que com conhecimento, experiência e dedicação elaborou, revisou e ampliou essa obra, e permitiu a ANA publicá-la para se renovar como um documento técnico de referência nacional em apoio às ações do Programa Nacional de Avaliação de Qualidades das Águas (PNQA);

– à Organização das Nações Unidas para a Educação, a Ciência e a Cultura (UNESCO) pelo apoio na realização da revisão, atualização e ampliação do conteúdo deste Guia, por meio do Projeto de Cooperação Sul – Sul (Cooperação Sul-Sul para o fortalecimento da gestão integrada e do uso sustentável dos recursos hídricos no contexto dos países da América Latina e Caribe e da Comunidade dos Países de Língua Portuguesa – CPLP, Projeto 586RLA2001);

– aos autores e colaboradores que contribuíram, pela ANA, para a primeira revisão do "Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras – Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos" em 2011: Adriana de Araújo Maximiano (*in memoriam*), Ana Paula Montenegro Generino, Doralice Meloni Assirati, Maria Cristina de Sá Oliveira Matos Brito, Maurrem Ramon Vieira e Paulo Augusto Cunha Libânio

A Companhia Ambiental do Estado de São Paulo registra um especial agradecimento:

- aos autores da publicação original do "Guia de Coleta e Preservação de Amostras Ambientais" editado em 1988 que lançaram a pedra fundamental para construir o texto desse Guia: Azor C. Penteado Filho, Ben Hur L. Batalha, Denise N. Pereira, Edmun-

do Garcia Agudo, Eduardo Bertoletti, Ernesto W. Fredricksson, Guiomar J. Fornasaro, Helcias B. de Padua, Helga B. de Souza, Ivan Ronaldo Horcel, João Ruocco Junior, José G. B. Pires, José L. dos Santos, José Luiz de Guide, Maria Helena R. Humayta, Maria Neuza Alves, Maria Therezinha Martins, Nilson Ney Scatigno, Paulo T. Hasegawa, Petra S. Sanchez, Renato Amaral, Rosa Helena de O. M. Freitas, Sebastião Gaglianone, Sergio Roberto e Vanderlei M. Prado;

- aos autores e colaboradores que contribuíram para a primeira revisão do "Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras – Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos" em 2011: Cacilda J. Aiba, Carlos R. Fanchini, Cesar Augusto M. Roda, Elayse M. Hachich, Fernando de Caires, Geraldo G. J. Eysink, João Carlos C. Milanelli, José Eduardo Bevilacqua, Júlio César S. Rodrigues, Mara Elisa P. Salvador, Marcelo Adriano de Oliveira, Meron P. Zajac, Nancy de C. Stoppe, Neusa A. N. Beserra, Osvaldo Atanagildo da Silva, Paulo F. Rodrigues, Paulo Sérgio G. Rocha, Regis Nieto, Renato Pizzi Rosseti, Ricardo Minçon Filho, Rita C. R. de Souza, Rogério V. de Santana, Rosalina P. de A. Araújo, Valéria Aparecida Prósperi, Venício Pedro Ribeiro e Vivian Baltazar.
- à Regina Mayumi Kikuchi pelas fotos e figuras relacionados aos amostradores de Sucção e à *American Fisheries Society* pela autorização de uso das figuras.
- à ANA que, com o apoio da UNESCO, viabilizou a publicação deste Guia.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Planejamento para a seleção de locais e posições de monitoramento 36

Figura 1.2. Etapas principais para o planejamento de programas de amostragem 37

Figura 2.1. Efeito da variabilidade temporal na estimativa quantitativa da concentração de uma dada variável 44

Figura 2.2. Representação esquemática da mistura de um efluente com o rio 48

Figura 2.3. Variação da qualidade de um corpo d'água considerando a distância do ponto de lançamento de descarga 49

Figura 3.1. Representação dos diferentes tipos de coleta em água bruta superficial 77

Figura 3.2. Frasco de coleta destinado a ensaios microbiológicos em água e sedimento/lodo 89

Figura 3.3. Dimensões do tecido de gaze para a confecção da mecha para coleta de amostras para análise de patógenos 90

Figura 3.4. Mecha empregada na técnica de Moore 91

Figura 3.5. Equipamentos de proteção individual para realização de coleta de amostras em emergências químicas 97

Figura 4.1. Diagrama Espinha de Peixe representando as diversas fontes de variabilidade na amostragem e nos ensaios 103

Figura 4.2. Comparação em cascata das potenciais fontes de contaminação englobadas pelos diferentes tipos de branco 111

Figura 4.3. Verificação do controle de temperatura de transporte na etapa de recebimento de amostras 112

Figura 4.4. Ilustração das diferentes estratégias de amostragem de duplicatas de campo 114

Figura 5.1. Balde de aço inox AISI 316L polido 122

Figura 5.2. Coletor com braço rosqueável 123

Figura 5.3. Batiscafo 124

Figura 5.4. Batiscafo para determinação de compostos orgânicos voláteis 124

Figura 5.5. Esquema de uma garrafa do tipo van Dorn 125

Figura 5.6. Garrafa do tipo Niskin 126

Figura 5.7. Mensageiro 127

Figura 5.8. Garrafa do tipo van Dorn de fluxo vertical 127

Figura 5.9. Garrafa do tipo van Dorn de fluxo horizontal 128

Figura 5.10. Armadilha do tipo Schindler-Patalas 129

Figura 5.11. Rede de plâncton 131

Figura 5.12. Copo coletor de rede de plâncton 131

Figura 5.13. Fluxômetro 133

Figura 5.14. Pegador do tipo Ekman-Birge 135

Figura 5.15. Pegador do tipo Ekman-Birge, modificado por Lenz 137

Figura 5.16. Pegador tipo Petersen modificado 138

Figura 5.17. Pegador do tipo van Veen 139

Figura 5.18. Pegador tipo Ponar pequeno 140

Figura 5.19. Testemunhador modelo Kajak-Brinkhurst (K-B *corer*) 142

Figura 5.20. Pegador manual 142

Figura 5.21. Draga retangular 143

Figura 5.22. Delimitador do tipo Surber 144

Figura 5.23. Delimitador do tipo Hess-Canton 145

Figuras 5.24. Detalhe do delimitador para estimativa da porcentagem de cobertura de comunidades de costão rochoso 146

Figuras 5.25. Dimensões do delimitador para estimativa da porcentagem de cobertura de comunidades de costão rochoso 146

Figura. 5.26. Máquina fotográfica montada com lente *close-up*, suporte com delimitador de enquadramento e flashes 147

Figura 5.27. Detalhe do delimitador para estimativa da estrutura espacial de comunidades de costão rochoso, indicando suas respectivas dimensões em centímetros 148

Figura 5.28. Medidor de declive de praia 149

Figura 5.29. Rede manual 150

Figura 5.30. Esquema do equipamento para amostragem dos bentos por amostrador de sucção 151

Figura 5.31. Substrato artificial do tipo cesto preenchido com pedra de brita 153

Figura 5.32. Suportes com lâminas 155

Figura 5.33. Perifitômetro com Escova 157

Figura 5.34. Rede de espera de superfície 169

Figura 5.35. Rede de espera armada 170

Figura 5.36. Retirada da rede de espera 170

Figura 5.37. Rede de espera ancorada no fundo 171

Figura 5.38. Exemplos de espinhéis 172

Figura 5.39. Caniço ou vara de pesca 173

Figura 5.40. Curral 174

Figura 5.41. Cesto ou canastra 174

Figura 5.42. Cesto ou canastra 175

Figura 5.43. Diferentes armadilhas do tipo "covo" 176

Figura 5.44. Rede de arrasto manual 178

Figura 5.45. Rede de arrasto por embarcação 178

Figura 5.46. Rede de arrasto manual do tipo saco 179

Figura 5.47. Tarrafa 179

Figura 5.48. Puçá 180

Figura 5.49. Pesca elétrica com aparelhagem do tipo móvel (mochila) 181

Figura 5.50. Tipo de amostrador automático utilizado em coletas de água e efluente 182

Figura 6.1. Localização genérica de pontos de coleta de água superficial em grandes cursos de água 188

Figura 6.2. Coleta de amostras de água superficial 192

Figura 6.3. Coleta de amostras de água superficial para análise de OD 193

Figura 6.4. Procedimento de preservação de amostra 193

Figura 6.5. Coleta de amostra em profundidade com garrafa do tipo Niskin de fluxo vertical 194

Figura 6.6. Filtração em campo de amostra para metais dissolvidos 197

Figura 6.7. Coleta de amostra com balde de aço inox para teste de mutagenicidade em água superficial 203

Figura 6.8. Coleta de amostra de água superficial para análise microbiológica 205

Figura 6.9. Acondicionamento e transporte de amostras para análises microbiológicas em caixa térmica sob refrigeração 206

Figura 6.10. Acondicionamento de amostras (mecha) no meio de transporte Cary e Blair 207

Figura 6.11. Coleta de amostra de água recreacional (mar) para análise microbiológica 210

Figura 6.12. Desenho esquemático do procedimento de coleta de areia das praias litorâneas 212

Figura 6.13. Sistema porta filtro para filtração de amostras para ensaio de Clorofila *a* e Feofitina *a* em laboratório 219

Figura 6.14. Sistema porta filtro para filtração de amostras para ensaio de Clorofila *a* e Feofitina *a* em campo 220

Figura 6.15. Bomba de vácuo manual para campo 220

Figura 6.16. Bomba de vácuo elétrica de bancada 221

Figura 6.17. Floração ou *bloom* de cianobactérias no Reservatório Billings – São Paulo/SP 223

Figura 6.18. Ilustração dos tipos de coleta de fitoplâncton com rede 226

Figura 6.19. Ilustração dos possíveis cenários em locais com indícios de florações de cianobactérias 228

Figura 6.20. Seleção de substrato 234

Figura 6.21. Detalhe da seleção de folhas e ramos 234

Figura 6.22. Cortes dos ramos e folhas selecionadas 235

Figura 6.23. Seleção de ramos e folhas 235

Figura 6.24. Raspagem do substrato natural com pincel macio 236

Figura 6.25. Desenho manual das folhas e ramos 236

Figura 6.26. Paquímetro utilizado para medida do comprimento e diâmetro dos ramos e tamanho das folhas 237

Figura 6.27. Medida do diâmetro dos ramos 237

Figura 6.28. Coleta de amostras do perifíton com perifitômetro com escova, modificado por VIS 238

Figura 6.29. Coleta de amostras do perifíton 239

Figura 6.30. Coleta de amostras de zooplâncton com armadilha do tipo Schindler-Patalas 246

Figura 6.31. Bomba de sucção para amostragem das comunidades bentônicas 261

Figura 6.32. *Kit* para coleta de amostras em situações de emergências químicas 295

Figura 7.1. Esquema com exemplo de sistemas de captação e distribuição de água 301

Figura 7.2. Torneiras localizadas no laboratório de uma ETA para controle das etapas do processo de tratamento 303

Figura 7.3. Coleta de amostra na torneira, após o hidrômetro 305

Figura 7.4. Coleta de amostra na torneira do jardim, após hidrômetro 305

Figura 7.5. Coleta de amostras em reservatório com balde e corda estéreis 307

Figura 7.6. Poço de monitoramento de água subterrânea 310

Figura 7.7. Amostragem de água subterrânea em poço de monitoramento pelo método de baixa vazão 312

Figura 8.1. Determinação de cloro residual 320

Figura 8.2. Checagem do sistema de medição de OD (eletrodo de membrana com sistema de agitação) em água saturada 325

Figura 8.3. Ajuste de medidor de condutividade com MRC 329

Figura 8.4. Determinação de pH em sedimento 333

Figura 8.5. Determinação de transparência com Disco de Secchi 339

Figura 8.6. Determinação de turbidez em água tratada, inserção da cela no equipamento 342

Figura 8.7. Ensaio de sólidos sedimentáveis em campo com o Cone Imhoff 344

Figura 8.8. Abrigos para estações automáticas 348

Figura 8.9. Sistema de aquisição e transmissão de dados de uma estação automática 349

Figura 8.10. Manutenção de sonda multiparâmetro: (A, B e C) limpeza e calibração dos sensores de oxigênio dissolvido, pH e condutividade elétrica 350

Figura 8.11. Soluções para instalação da sonda multiparâmetro no corpo hídrico 352

Figura 8.12. Equipamentos medidores 353

Figura 9.1. Réguas limnimétricas 358

Figura 9.2. Cálculo de vazão pelo método Área-Velocidade 361

Figura 9.3. Molinete hidrométrico e contador de rotações 363

Figura 9.4. Medição de vazão a vau com medidor ultrassônico 364

Figura 9.5. Medição de vazão com perfilador acústico de corrente por efeito doppler (ADCP) acoplado a um pequeno catamarã 365

Figura 9.6. Injeção de traçador num curso d'água e representação da variação da sua concentração no ponto de detecção 367

Figura 9.7. Calha Parshall 370

Figura 9.8. Vertedores de parede delgada 371

Figura 9.9. Vertedores de parede delgada 372

Figura 9.10. Caixa de tranquilização com vertedor interno 373

Figura 9.11. Caixa de tranquilização – corte longitudinal 373

Figura 9.12. Medidor Venturi 374

Figura 9.13. Bocais e orifícios para medição de vazão 375

Figura 9.14. Tubo de Pitot 376

Figura 9.15. Medidor magnético 377

Figura 9.16. Rotâmetro 379

Figura 9.17. Método das Coordenadas Geométricas do Jato 380

Figura 9.18. Aplicação do Método das Coordenadas Geométricas do Jato a canalizações inclinadas 381

Figura 9.19. Método Califórnia 382

Figura 9.20. Método Califórnia para condutos inclinados 383

Figura 9.21. Método Califórnia Modificado 383

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1. Comparação entre recipientes de vidro e plástico inertes 81

Tabela 5.1. Principais características de alguns amostradores de sedimento, comunidades bentônicas e perifíticas 158

Tabela 6.1. Classificação do zooplâncton em função do tamanho dos organismos 241

Tabela 6.2. Recomendações para a seleção do equipamento de coleta de zooplâncton em diferentes ambientes 242

Tabela 6.3. Características principais dos estudos passivos e ativos e determinação de biomassa de macrófitas aquáticas 256

Tabela 6.4. Metodologia de amostragem de declive e perfil de praias 272

Tabela 6.5. Valores de vazão obtidos em campo 290

Tabela 6.6. Volumes das alíquotas (V_{al}), obtidos em campo a partir da vazão média em 24h 290

Tabela 8.1. Valores de Potencial Padrão (mV) de eletrodos de referência mais utilizados na determinação de potencial redox (E_H) 335

Tabela 9.1. Distância recomendada entre verticais 360

LISTA DE APÊNDICES

Tabela A.1. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios físico-químicos inorgânicos – Água e Sedimento 416

Tabela A.2. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de compostos químicos orgânicos – Água e Sedimento 421

Tabela A.3. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de cianobactérias e cianotoxinas 422

Tabela A.4. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios ecotoxicológicos com organismos aquáticos – Água e Sedimento 424

Tabela A.5. Armazenamento e preservação de amostras para testes de toxicidade aguda com bactérias luminescentes *Vibrio fischeri* (Microtox®) – Água e Sedimento 425

Tabela A.6. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de mutagenicidade (*Salmonella*/microssoma) – Água e Sedimento 426

Tabela A.7. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios microbiológicos – Água e Sedimento 427

Tabela A.8. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de clorofila *a* e feofitina *a* – Água bruta 428

Tabela A.9. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de fitoplâncton – Água bruta 428

Tabela A.10. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de perifíton 429

Tabela A.11. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de zooplâncton 429

Tabela A.12. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios com macrófitas 430

Tabela A.13. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios com bentos 431

Tabela A.14. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de nécton (peixes) 432

Tabela A.15. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios bioanalíticos – Água 432

Tabela B.1. Ensaios realizados em cada tipo de indústria 436

SUMÁRIO

PREFÁCIO

APRESENTAÇÃO

1 INTRODUÇÃO **33**

2 PROGRAMA E PLANEJAMENTO DE AMOSTRAGEM **39**

2.1 Usos do Ambiente 41

2.2 Natureza da Amostra 42

2.3 Variáveis de Caracterização do Ambiente 42

2.4 Local e Pontos de Coleta 45

2.4.1 Água Bruta Superficial 46

2.4.2 Água Subterrânea 50

2.4.3 Água Tratada 50

2.4.4 Sedimento 51

2.4.5 Efluentes Líquidos e Corpos Hídricos Receptores 53

2.4.5.1 Efluentes Industriais 55

2.4.5.2 Efluentes Mistos (Industriais e Domésticos) 60

2.4.5.3 Efluentes Gerados em Plantas de Incineração de Resíduos Sólidos Industriais ou Hospitalares 61

2.4.5.4 Efluentes Percolados Gerados em Aterros Industriais e Sanitários 62

2.4.5.5 Avaliação do Desempenho de STAR 62

2.4.5.6 Elaboração de Projeto de STAR 63

2.4.5.7 Seleção dos Ensaios 63

2.4.6 Atendimento a Emergências Químicas 65

2.5 Apoio Operacional 67

2.6 Capacidade Analítica Laboratorial 68

2.7 Recursos Financeiros e Humanos 69

2.8 Elaboração do Plano de Amostragem 69

3 PLANEJAMENTO E ORGANIZAÇÃO DOS TRABALHOS DE CAMPO **71**

3.1 Planejamento das Atividades 73

3.2 Coleta e Preservação de Amostras 75

3.2.1 Tipos de Coleta 75
3.2.2 Preservação de Amostras 78
3.2.2.1 Adição Química 78
3.2.2.2 Congelamento 79
3.2.2.3 Refrigeração 79
3.3 Acondicionamento, Transporte e Armazenamento de Amostras 80
3.3.1 Acondicionamento 80
3.3.1.1 Tipos de Recipientes 80
3.3.1.2 Limpeza e Preparo de Recipientes 83
3.3.2 Transporte e Armazenamento 92
3.4 Segurança nos Trabalhos de Campo 92
3.4.1 Deslocamento 93
3.4.2 Acesso aos Pontos de Coleta 93
3.4.3 Embarcações 94
3.4.4 Manipulação de Reagentes e Soluções 95
3.4.5 Amostragem de Efluentes (Industriais, Domésticos e Mistos) 95
3.4.6 Amostragem em Atendimento a Emergências Químicas 96
4 CONTROLE DE QUALIDADE NA AMOSTRAGEM 101
4.1 Brancos 105
4.1.1 Branco de Campo 106
4.1.2 Branco de Equipamentos 108
4.1.3 Branco de Viagem 109
4.1.4 Branco de Frascaria 109
4.1.5 Branco de Seringa e Filtro 110
4.1.6 Branco de Água Reagente 111
4.2 Controle de Temperatura de Transporte 112
4.3 Duplicata de Campo 113
4.4 Planejamento e Avaliação das Amostras de Controle de Qualidade 115
4.5 Incerteza da Amostragem 117
5 EQUIPAMENTOS DE COLETA 119
5.1 Amostradores de Superfície 121
5.1.1 Balde de Aço Inox 121
5.1.2 Coletor com Braço Retrátil ou Rosqueável 122
5.1.3 Batiscafo 123

5.2 Amostradores de Profundidade (Coluna d'água) 125
5.2.1 Garrafas de Profundidade 125
5.2.2 Armadilha do Tipo Schindler-Patalas (Trampa) 129
5.2.3 Bomba de Água 130
5.2.4 Redes de Plâncton 130
5.3 Amostradores de Fundo 134
5.3.1 Pegador de Ekman-Birge 134
5.3.2 Pegador de Petersen e de van Veen 137
5.3.3 Pegador Ponar 139
5.3.4 Amostrador em Tubo (*Corer* ou Testemunhador) 140
5.3.5 Draga Retangular 143
5.3.6 Delimitadores 143
5.3.7 Redes Manuais 149
5.3.8 Amostrador de Sucção 150
5.4 Substrato Artificial 151
5.4.1 Cestos com Pedras (Macroinvertebrados) 152
5.4.2 Suporte para Lâminas (Perifiton) 154
5.5 Substrato Natural Consolidado (Rochas) 156
5.6 Amostradores de Nécton 168
5.6.1 Aparelhos de Pesca Passivos 169
5.6.1.1 Rede de Espera 169
5.6.1.2 Espinhel ou Linhada 171
5.6.1.3 Caniço ou Vara de Pesca 172
5.6.1.4. Curral (Rede de Estaca ou Cerco) 173
5.6.1.5 Cesto ou Canastra 174
5.6.1.6 Covo 175
5.6.2 Aparelhos de Pesca Ativos 177
5.6.2.1 Rede de Lance 177
5.6.2.2 Rede de Arrasto 177
5.6.2.3 Rede de Saco 178
5.6.2.4 Tarrafa 179
5.6.2.5 Linha de Arrasto (Corrico) 180
5.6.2.6 Puça ou Coador 180
5.6.2.7 Aparelhagem para Pesca Elétrica 180

5.7 Amostradores Automáticos 181
5.8 Manutenção e Cuidados com os Equipamentos 182
6 AMOSTRAGEM DE ÁGUA BRUTA SUPERFICIAL, SEDIMENTOS E EFLUENTES LÍQUIDOS 185
6.1 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios em Água Bruta Superficial 190
6.1.1 Químicos (Exceto Metais Dissolvidos e Carbono Orgânico Dissolvido) 192
6.1.2 Metais Dissolvidos e Carbono Orgânico Dissolvido 195
6.1.3 Ensaios Bioanalíticos 197
6.1.4 Ecotoxicológicos 198
6.1.5 Toxicidade Aguda com *Vibrio fischeri* (Teste Microtox®) 199
6.1.6 Mutagenicidade com Salmonella/Microssoma (Teste de Ames) 201
6.1.7 Microbiológicos 203
6.1.8 Balneabilidade de Praias 208
6.1.9 Avaliação da Qualidade Microbiológica das Areias de Praias 210
6.1.10 Comunidades Biológicas 212
6.1.10.1 Pigmentos Fotossintetizantes (Clorofila *a* e Feofitina *a*) 215
6.1.10.2 Comunidade Fitoplanctônica 221
6.1.10.3 Comunidade Perifítica 229
6.1.10.4 Comunidade Zooplanctônica 240
6.1.10.5 Macrófitas Aquáticas 252
6.1.10.6 Comunidade de Macroinvertebrados de Água Doce 256
6.1.10.7 Comunidade Bentônica Marinha 264
6.1.10.8 Comunidade Nectônica 274
6.2 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios de Contaminantes e Nutrientes em Sedimentos 280
6.3 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios em Efluentes Líquidos 286
6.4 Coleta e Preservação de Amostras em Emergências Químicas 293
7 AMOSTRAGEM DE ÁGUAS PARA CONSUMO HUMANO E ÁGUAS SUBTERRÂNEAS 297
7.1 Amostragem de Águas para Consumo Humano 299
7.1.1 Coleta em Estação de Tratamento de Água (ETA) 302
7.1.2 Coleta em Sistemas de Distribuição 303

7.1.3 Coleta em Soluções Alternativas de Abastecimento Público 307
7.2 Amostragem de Águas Subterrâneas 309
7.2.1 Poços Freáticos e Profundos 309
7.2.2 Poços de Monitoramento 310

8 ENSAIOS DE CAMPO 315
8.1 Cloro Residual – Método DPD 318
8.2 Oxigênio Dissolvido 321
8.2.1 Oxigênio Dissolvido – Métodos Eletrométricos e Óptico 322
8.2.2 Oxigênio Dissolvido – Método de Winkler Modificado pela Azida Sódica 325
8.3 Condutividade 328
8.4 Salinidade 330
8.5 Potencial Hidrogeniônico (pH) – Método Eletrométrico 331
8.6 Potencial de Oxirredução – Método Potenciométrico 333
8.7 Temperatura 336
8.8 Transparência 338
8.9 Turbidez – Método Nefelométrico 340
8.10 Sólidos Sedimentáveis – Método do Cone Imhoff 343
8.11 Dados e Observações de Campo 345
8.12 Monitoramento Automático da Qualidade das Águas 347
8.12.1 Abrigo para Equipamentos 347
8.12.2 Sistema de Aquisição e Transmissão de Dados 349
8.12.3 Medidor Online (Sonda Multiparâmetro) 350
8.12.4 Outros Equipamentos Medidores 352

9 MEDIÇÃO DE VAZÃO 355
9.1 Medição de Vazão em Canais Abertos 357
9.1.1 Método Volumétrico 359
9.1.2 Medição com Flutuadores 359
9,1.3 Método Área – Velocidade 360
9.1.4 Método Acústico 364
9.1.5 Método com Traçadores 366
9.1.6 Medição com Dispositivos de Geometria Regular 369
9.2 Medição de Vazão com Dispositivos Instalados em Tubos 373
9.2.1 Medidor Venturi 374

9.2.2 Medição com Bocais e Orifícios 375
9.2.3 Tubo de Pitot 376
9.2.4 Medidor Magnético 377
9.2.5 Rotâmetro 379
9.3 Medição de Vazão em Tubos com Descarga Livre 380
9.3.1 Método das Coordenadas Geométricas do Jato 380
9.3.2 Método Califórnia 382
BIBLIOGRAFIA 385
GLOSSÁRIO 401
APÊNDICES 409
APÊNDICE A – PROCEDIMENTOS PARA O ARMAZENAMENTO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS POR ENSAIO 411
APÊNDICE B – REFERÊNCIA DE ENSAIOS REALIZADOS EM EFLUENTES INDUSTRIAIS 433
APÊNDICE C – PREPARO DE SOLUÇÕES E REAGENTES 439
APÊNDICE D – VÍDEOS 449
ANOTAÇÕES 451

PREFÁCIO

Entre os desafios da gestão dos recursos hídricos do País, o conhecimento sobre a qualidade das águas está entre os mais relevantes e emblemáticos. Informações esparsas ou inexistentes, ausência de redes de monitoramento adequadas em termos de frequência, parâmetros e representatividade em número de pontos de amostragem dificultam um diagnóstico preciso sobre a realidade da condição da qualidade dos corpos hídricos brasileiros, e a implementação dos instrumentos da Política Nacional de Recursos Hídricos, especialmente.

Em 2008 a ANA criou o Programa Nacional de Avaliação da Qualidade das Águas (PNQA) a partir da percepção de que a gestão integrada dos recursos hídricos requer o sistemático monitoramento tanto da quantidade quanto da qualidade das águas, para contribuir com os objetivos de uma economia em base ambientalmente sustentável e socialmente justa.

O PNQA foi estruturado em quatro componentes: a) Elaboração e Implementação de uma Rede Nacional de Monitoramento de Qualidade das Águas; b) Padronização de Parâmetros e de Procedimentos referentes à coleta, preservação e análise de qualidade de água; c) Certificação e Aprimoramento de Laboratórios e Capacitação dos Profissionais envolvidos no Monitoramento de Qualidade de Água; e d) Avaliação e Divulgação das Informações sobre Qualidade de Água em âmbito nacional, disponível a toda a sociedade em portal na internet.

Em 2014 a ANA estabeleceu o Programa de Estímulo a Divulgação de Dados de Qualidade de Águas – Qualiágua, um programa de premiação por metas alcançadas, de adesão voluntária, aberto a todas as Unidades da Federação, que materializou as componentes do PNQA na forma de metas contratuais que contemplam: a implementação da RNQA, a capacitação dos técnicos e a padronização de parâmetros

e procedimentos. Assim permitiu a apropriação, pelos estados, das etapas necessárias à geração e publicação à sociedade de dados confiáveis sobre a qualidade das águas comparáveis em âmbito nacional.

Esta primeira revisão do Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras de Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos, cuja primeira versão foi lançada em 2011, se insere no esforço para a padronização, entre os diversos atores que operam no monitoramento da qualidade dos recursos hídricos brasileiros, dos procedimentos de obtenção de amostras representativas dos corpos hídricos superficiais e subterrâneos.

Este Guia de Coleta e Preservação de Amostras é também uma importante ferramenta para a capacitação, a todo e qualquer profissional ou estudante, sendo uma referência nacional sobre a temática.

Diretoria Colegiada da Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico

APRESENTAÇÃO

O monitoramento e o diagnóstico da qualidade ambiental, bem como as ações de fiscalização, envolvem a mensuração de uma ou mais variáveis. Os resultados são utilizados para avaliar as condições de um ambiente ou sistema e dar subsídios para a tomada de medidas preventivas e corretivas, com base na legislação existente. Nesse sentido, os objetivos do trabalho, as estratégias de amostragem e os métodos de análises a serem empregados devem ser criteriosamente definidos para se obter resultados robustos.

A etapa de amostragem, em especial a seleção dos pontos, estratégias de coleta e preservação de amostras, é tão relevante quanto as demais etapas do processo analítico. Porém, dado que esta é o início da mensuração, torna-se crucial para a confiabilidade e representatividade dos dados gerados.

A CETESB sempre esteve na vanguarda desse tema, atenta à importância dos programas e processos de amostragem dentro de suas atividades, de tal forma que em 1988 publicou o "Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água". A parceria com a Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA) permitiu uma ampliação de sua abrangência, sendo que em 2011 foi lançada a primeira versão do "Guia Nacional de Coleta de Amostras de Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e efluentes líquidos".

A presente versão do Guia consolida a parceria entre ANA e CETESB, incorpora ajustes e atualizações normativos e técnicos, trazendo nove capítulos que contemplam bases para planejamento de amostragens ambientais e procedimentos detalhados para a coleta de amostras de água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos, para os mais diversos ensaios, baseados em metodologias padronizadas e de referência nacional e internacional. Além disso,

foram adicionadas informações sobre amostragem em águas subterrâneas e em atendimentos a emergências químicas, coleta de areia para avaliação da qualidade de praias, bem como para amostras destinadas a ensaios bioanalíticos, o que traduz o conhecimento do corpo técnico da CETESB, adquirido com a evolução analítica, na prática diária e no processo de implantação e manutenção de um Sistema de Qualidade dessas atividades.

Os três primeiros capítulos trazem os conceitos básicos necessários ao planejamento de um programa de amostragem, organização e segurança no trabalho de campo. O capítulo quatro aborda conceitos e procedimentos para aplicação de estratégias de controle de qualidade na etapa de coleta, essencial para a garantia da validade dos resultados obtidos. O capítulo cinco traz de forma detalhada as especificações dos principais equipamentos requeridos para amostragem. Os capítulos seis e sete trazem os procedimentos para coleta de águas superficiais, águas subterrâneas, água tratada/água para consumo humano, sedimento e efluentes líquidos. O capítulo oito destaca os procedimentos para os ensaios de campo, bem como conceitos relacionados à programas de monitoramento automático. O capítulo nove aborda os métodos de medição de vazão, considerando a importância da interpretação conjunta dos dados de quantidade (vazão) e qualidade ambiental.

O Guia apresenta também um glossário, com as terminologias mais frequentemente empregadas na área, e quatro Apêndices: o primeiro (Apêndice A) traz informações relativas às frascarias empregadas na coleta e os procedimentos para armazenamento e preservação de amostras, detalhados por ensaio; o segundo (Apêndice B) apresenta indicação de ensaios pertinentes a diversas atividades industriais; o terceiro (Apêndice C) apresenta procedimentos para preparo de soluções e reagentes utilizados para preservação de amostras e ensaios e o quarto (Apêndice D) traz informações a respeito dos vídeos produzidos em conjunto com a primeira edição do Guia.

A adoção desse Guia pela Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA) como referência para os procedimentos de coleta dentro de seu campo de atuação demonstra a responsabilidade da CETESB na sua missão institucional de transferência de tecnologia ambiental, colaborando para o desenvolvimento científico e tecnológico do País.

Thomaz Miazaki de Toledo

Diretor-Presidente da CETESB



CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

A coleta e preservação de amostras não são atividades simples e exigem critérios, pois baseiam-se em conhecimento técnico e científico. Uma amostra, por definição, representa o próprio ambiente estudado e, assim, a sua coleta exige recursos humanos treinados e capacitados para desenvolverem as atividades em campo.

A definição dos usos previstos para o corpo d'água, a legislação, o conhecimento dos riscos à saúde da população, os danos aos ecossistemas, a toxicidade das substâncias químicas, os processos industriais e as medidas de vazão, somam algumas das informações básicas necessárias para que sejam definidas as técnicas e as metodologias de coleta, os locais de amostragem e a seleção de ensaios que serão empregados. Sem isso, qualquer programa para avaliar a qualidade ambiental pode gerar dados não representativos sobre a área de estudo.

Na escolha do local adequado para o programa de amostragem é importante considerar que a qualidade de um corpo d'água varia conforme o local (variação espacial) e o decorrer do tempo (variação temporal). Para garantir a homogeneidade e representatividade do local de amostragem proposto, as ações a serem tomadas devem ser cuidadosamente planejadas, como detalhado na Figura 1.1.

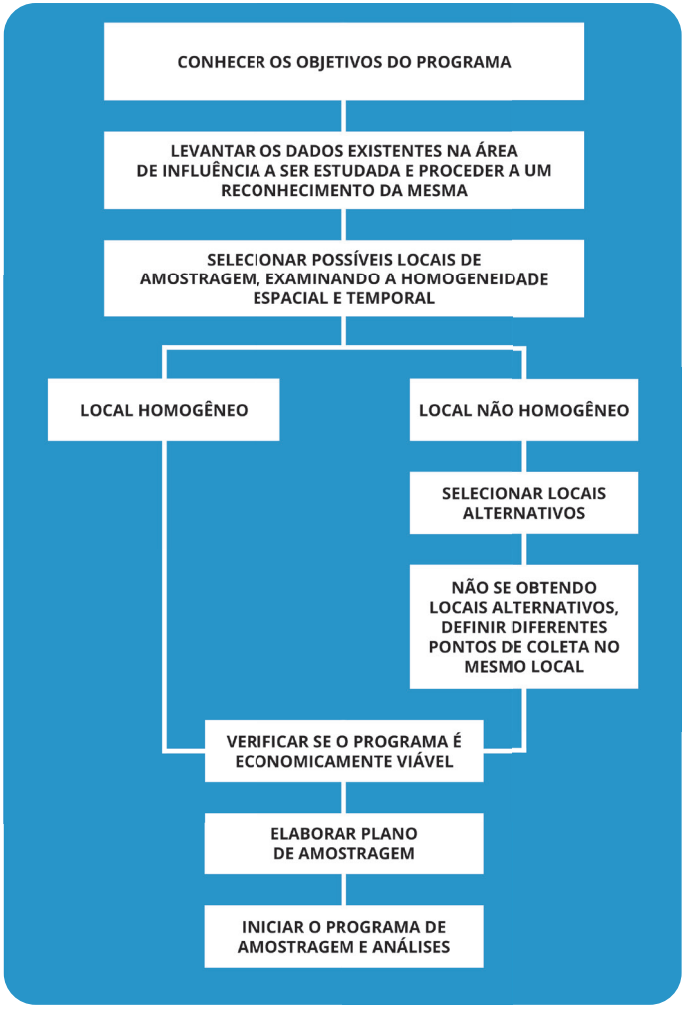


Figura 1.1. Planejamento para a seleção de locais e posições de monitoramento.

Fonte: Banco de Imagens CETESB

Portanto, o objetivo da amostragem e dos ensaios não é a obtenção de informações sobre alíquotas em si, geralmente constituídas de pequenas frações, mas a caracterização espacial e temporal do ambiente amostrado.

Deve-se ter sempre em mente que o tempo e os custos envolvidos se elevam sensivelmente à medida que sejam exigidas informações

mais detalhadas que impliquem no aumento do número de ensaios para avaliação, número de amostras, frequência de amostragem, ou utilização de tecnologia mais avançada.

Para evitar que os custos do estudo ultrapassem os benefícios que dele advêm, deve-se planejar cuidadosamente todas as etapas do programa de amostragem conforme mostra a Figura 1.2.

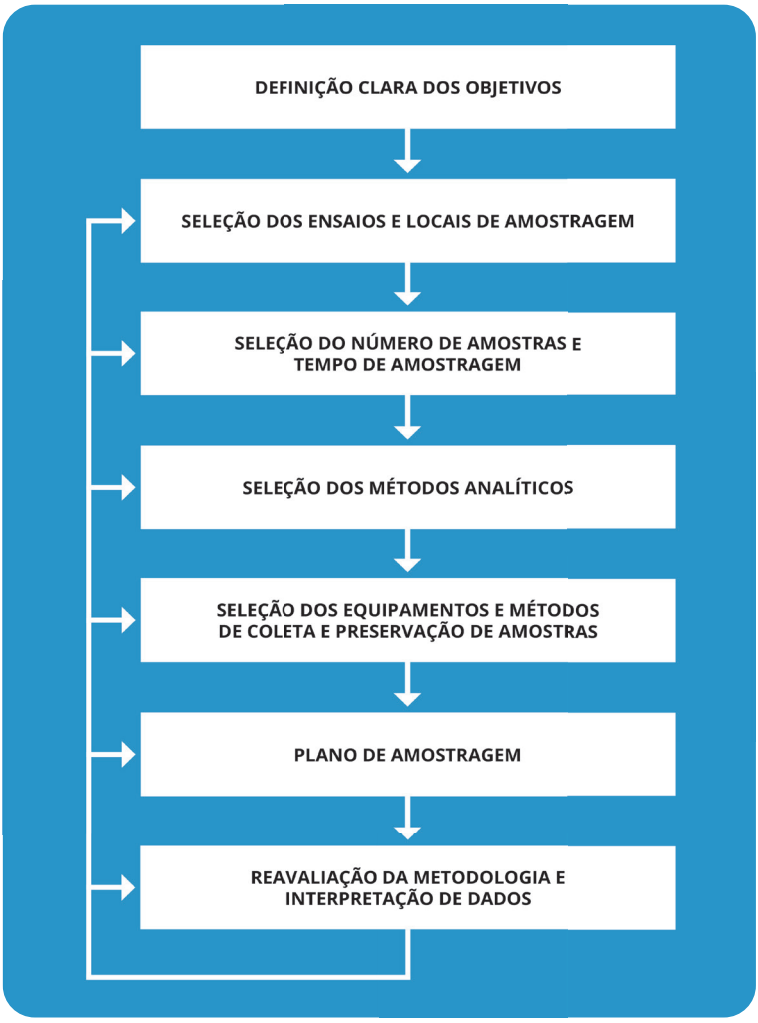


Figura 1.2. Etapas principais para o planejamento de programas de amostragem.

Fonte: Banco de Imagens CETESB

Este guia traduz a experiência da CETESB na coleta e preservação de amostras de águas brutas, tratadas, residuárias, sedimentos e biota aquática, visando à fiscalização, controle e a caracterização da qualidade ambiental e apresenta critérios e metodologias internacionalmente reconhecidas para ensaios físico-químicos, microbiológicos, biológicos e toxicológicos. Determinadas técnicas de hidrometria também foram incluídas, pois permitem a determinação das cargas poluidoras e, por isso, representam uma importante contribuição para o planejamento e execução da amostragem ambiental.



CAPÍTULO 2

PROGRAMA E PLANEJAMENTO DE AMOSTRAGEM

2. PROGRAMA E PLANEJAMENTO DE AMOSTRAGEM

A caracterização do ambiente a ser estudado é uma tarefa complexa e envolve um grande número de variáveis e profissionais, podendo conduzir à elaboração de programas de amostragem com extensão e recursos superdimensionados e uma relação custo/benefício inadequada.

Estabelecer um programa de amostragem é apenas uma das etapas necessárias ao estudo desse meio, mas dele dependem todas as etapas subsequentes: ensaios laboratoriais, interpretação de dados, elaboração de relatórios e tomada de decisões quanto à qualidade desses ambientes.

A definição do programa de amostragem exige a consideração de algumas variáveis, dependendo do objeto de estudo, tais como: objetivos, usos, natureza, área de influência e características da área de estudo, existência de parâmetros legislados ou regulados, analitos e/ou características de interesse ou outros requisitos legais, pois a definição da estratégia e metodologia de coleta, preservação de amostras e dos métodos analíticos dependem desses fatores.

Os responsáveis pelo planejamento e o os técnicos envolvidos na execução dos trabalhos de coleta devem estar totalmente familiarizados com os objetivos, metodologias e limitações dos programas de amostragem, pois as observações e dados gerados em campo ajudam a interpretar os resultados analíticos, esclarecendo eventualmente dados não-conformes ou atípicos.

2.1 Usos do Ambiente

A caracterização deve considerar as diferentes finalidades do ambiente como: (a) consumo humano; (b) preservação da vida aquática; (c) irrigação e dessedentação de animais; (d) recreação; entre outros que obedecem a padrões específicos, muitas vezes, estabelecidos em legislação.

2.2 Natureza da Amostra

As amostras a serem coletadas podem ser classificadas de acordo com sua natureza, como por exemplo: água bruta, tratada ou residuária; superficial ou subterrânea; interior ou costeira; doce, salobra ou salina, além de material biológico, sedimentos e efluentes industriais, domésticos ou mistos (ver Capítulo 3).

2.3 Variáveis de Caracterização do Ambiente

Atualmente dispõe-se de centenas de variáveis que podem ser empregadas para caracterizar um ambiente, envolvendo parâmetros físicos, químicos, microbiológicos, biológicos, toxicológicos e radiológicos. Essas variáveis devem ser definidas com o conhecimento adequado dos seus significados, abrangência, limitações, confiabilidade, referências para comparações e custos para sua obtenção.

As combinações entre essas variáveis não permitem formular planos padrões. Cada caso deve ser estudado individualmente, sendo que os parâmetros e critérios mais empregados incluem os estabelecidos pela legislação vigente.

A formulação dos programas requer ainda definições relativas aos seguintes fatores:

- **Variabilidade espacial:** de maneira geral, os corpos de água superficiais e sedimentos apresentam variações quanto às concentrações dos seus constituintes nos diferentes pontos de uma seção transversal, bem como ao longo do eixo longitudinal de deslocamento. Há ainda uma variação no eixo vertical, a qual é mais pronunciada em corpos d'água mais profundos e nas águas subterrâneas, que podem apresentar correntes com direções diferentes dependendo do estrato coletado.
- **Variação temporal:** A concentração dos constituintes de um corpo d'água e efluentes pode ainda variar ao longo do tempo, num mesmo ponto, de forma aleatória ou cíclica em função

das características das contribuições recebidas ou das variáveis meteorológicas. Em zonas estuarinas, por exemplo, a influência das marés provoca, de forma cíclica, profundas alterações nas características dessas águas. Em zonas costeiras, o conhecimento da hidrodinâmica das correntes e sua sazonalidade são importantes na definição dos pontos e da frequência de amostragem.

Para o estabelecimento do local, momento e frequência de coleta das amostras, deve-se definir previamente se o estudo visa obter uma característica média, valores máximos ou mínimos, ou a caracterização instantânea de um local ou ponto.

Em teoria, a melhor solução técnica seria o uso de monitores em tempo real (analisadores automáticos e sensoriamento remoto, por exemplo) que registram continuamente as alterações da qualidade do ambiente (ver Capítulo 8). Na impossibilidade de utilização dessa metodologia devido ao custo elevado e não-aplicabilidade para todas as variáveis e ambientes, deve-se definir a frequência e o momento da coleta com base em informações e dados obtidos a partir de:

- Legislação específica;
- Levantamento de estudos já realizados no local que contribuam com informações sobre as características da área de estudo e as principais atividades poluidoras na bacia, que podem influir na qualidade das águas (indústria, agricultura, mineração, zonas urbanas, etc.);
- Visita à área de estudo para georreferenciamento dos locais de coleta por meio de GPS (*Global Position System*), levantamento fotográfico com as características locais e contato com as pessoas do local a fim de se obter dados adicionais que confirmem ou esclareçam os dados preliminares levantados (lançamentos de lixo, resíduos industriais ou domésticos no corpo de água ou nas suas margens, etc.).

Os programas de amostragem baseados em considerações subjetivas, ou simplesmente na capacidade de coleta e analítica do laboratório, poderão gerar resultados não representativos. Para ilustrar estas considerações, são apresentados dois gráficos hipotéticos, representando a variação temporal da concentração de uma dada variável (Fig. 2.1). O primeiro gráfico (A) representa uma variação aleatória resultante, por exemplo, de lançamentos descontínuos ou do efeito de lixiviação de escoamento superficial provocado por chuvas. O segundo gráfico (B) simula uma variação cíclica resultante, por exemplo, de lançamentos de esgotos domésticos, variações sazonais de temperatura ou chuvas, variação diária de insolação ou temperatura, ou de lançamentos descontínuos, porém cíclicos.

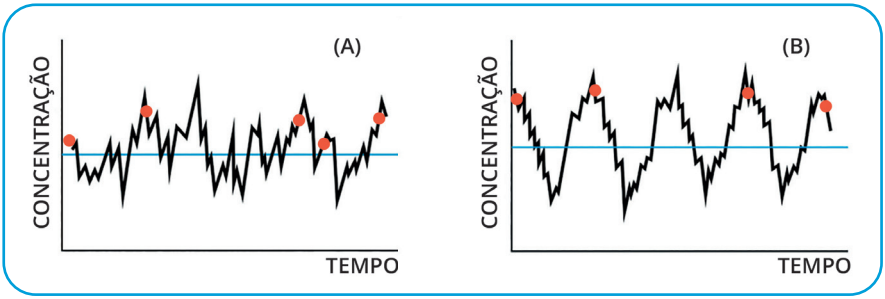


Figura 2.1. Efeito da variabilidade temporal na estimativa quantitativa da concentração de uma dada variável: (A) Variações aleatórias; (B) Variações aleatórias e cíclicas.
Legenda: (–) resultados obtidos por monitoramento automático contínuo; (–) média dos resultados obtidos com o monitoramento automático; (•) concentrações obtidas por coletas instantâneas.
Fonte: Banco de Imagens CETESB

No caso de corpos hídricos, a intensidade dessas variações pode ser reduzida, por exemplo, à medida que o ponto de coleta se afasta do ponto de lançamento. Portanto, para o estabelecimento do instante e da frequência de coleta de amostras, é importante conhecer a variabilidade temporal de cada variável, por local de amostragem. O perfil dessa variabilidade é uma ferramenta que pode ser utilizada para definição do número de amostras de um dado programa de amostragem. Quanto maior o número de amostras, melhor será o conhecimento da variabilidade ambiental.

O tamanho da amostra pode ser determinado com base em cálculos estatísticos, supondo-se uma distribuição normal da variável de qualidade e amostras aleatórias e independentes. Diversas abordagens podem ser empregadas, por isso recomenda-se a consulta a Bicudo e Bicudo (2007) e APHA, AWWA e WEF (2023).

O número de réplicas pode ser definido a partir de dados obtidos em amostragem prévia, utilizando-se fórmulas que se baseiam em valores de variância, desvio ou erro padrão. No entanto, o número resultante de réplicas algumas vezes é inviável e opta-se por um número mínimo, entre 3 e 5, considerando-se a capacidade analítica do laboratório.

Quando o objetivo de um programa é avaliar concentrações médias de uma variável dentro de um período (geralmente 24 horas) pode-se, em alguns casos, reduzir o número das amostras necessárias ao ensaio pela obtenção de amostras compostas (ver Capítulo 3).

2.4 Local e Pontos de Coleta

Muitas vezes os objetivos determinam os locais e pontos de coleta. Por exemplo, quando se quer avaliar a eficiência de uma unidade de tratamento (industrial ou de esgoto), necessariamente é preciso amostrar o afluente e o efluente dessa estação. Entretanto, quando os objetivos estabelecidos apontam apenas para uma indicação geral, como o efeito de um efluente na qualidade de água de um rio ou a avaliação da qualidade da água potável distribuída para a população, é necessário selecionar cuidadosamente os locais de amostragem. No caso das águas subterrâneas, é necessário avaliar a demanda de instalação de poços de monitoramento ou a utilização de poços existentes no local, cujas características litológicas e construtivas atendam aos objetivos do estudo.

Na definição das áreas e pontos deve-se procurar abranger a variedade dos ambientes. Além disso, a seleção dos pontos de amostragem pode priorizar locais com usos específicos a fim de verificar se apresentam a qualidade necessária ou se esses usos têm causado

alterações nessas qualidades. Entre os usos podem ser citados, por exemplo, o cultivo de organismos aquáticos e recreação.

As amostras obtidas no ambiente aquático podem não refletir o nível de poluição real da área de estudo, pois os poluentes muitas vezes sofrem diluição ou são deslocados pelas correntes, dificultando a sua determinação. Nesse caso, o sedimento passa a ter papel mais importante na análise da qualidade destes ambientes por ser um compartimento mais estável, retendo parte dos possíveis poluentes, e que pode fornecer um histórico de contaminação da região por meio da análise de suas camadas.

Alguns exemplos para seleção de pontos de amostragem:

- Avaliação da eficiência de uma unidade de tratamento (industrial ou de esgoto): é preciso amostrar o afluente e o efluente dessa estação;
- Avaliação do impacto de algum despejo de efluentes em corpo hídrico: são necessários pontos de amostragem à montante e jusante do descarte, com a devida atenção para evitar a zona de mistura da pluma com as águas do corpo hídrico no caso de rios, e da hidrodinâmica de correntes no caso de reservatórios ou descartes em mar aberto (emissários);
- Avaliação de áreas costeiras abertas com ausência de fontes pontuais de lançamento: os pontos podem ser considerados réplicas e podem ficar a distâncias maiores uns dos outros;
- Avaliação da qualidade da água potável distribuída: os pontos devem sempre incluir pontas de rede com valores de altimetria mais baixos que são locais onde há tendência de acúmulo de sujeira na tubulação.

2.4.1 Água Bruta Superficial

É preciso considerar que todo corpo d'água é heterogêneo e que, seja qual for o local de amostragem, este não é representativo de todo

o sistema em estudo. Por esse motivo, devem ser selecionados locais adequados às necessidades de informação de cada programa. Entre os fatores responsáveis pela heterogeneidade de um corpo d'agua podemos citar:

- Estratificação térmica vertical, decorrente de variação da temperatura ao longo da coluna d'água e do encontro de massas de água;
- Zona de mistura, formada por dois ou mais tipos de águas que estão em processo de mistura (por exemplo, rio logo a jusante da descarga de um efluente ou tributário) (Fig. 2.2), sendo que a coleta deve ser realizada após a completa mistura (Fig. 2.2, trecho A-A);
- Distribuição heterogênea de determinadas substâncias ou organismos em um sistema hídrico. Isso ocorre quando os materiais não dissolvidos, com densidade diferente da água, tendem a ficar heterogeneamente distribuídos (por exemplo, o óleo tende a flutuar na superfície da água, enquanto os sólidos em suspensão tendem a se depositar) ou quando ocorrem reações químicas ou biológicas na coluna d'água, como o crescimento de algas nas camadas superiores em função da penetração de luz, com as consequentes mudanças no pH e concentração de oxigênio dissolvido.

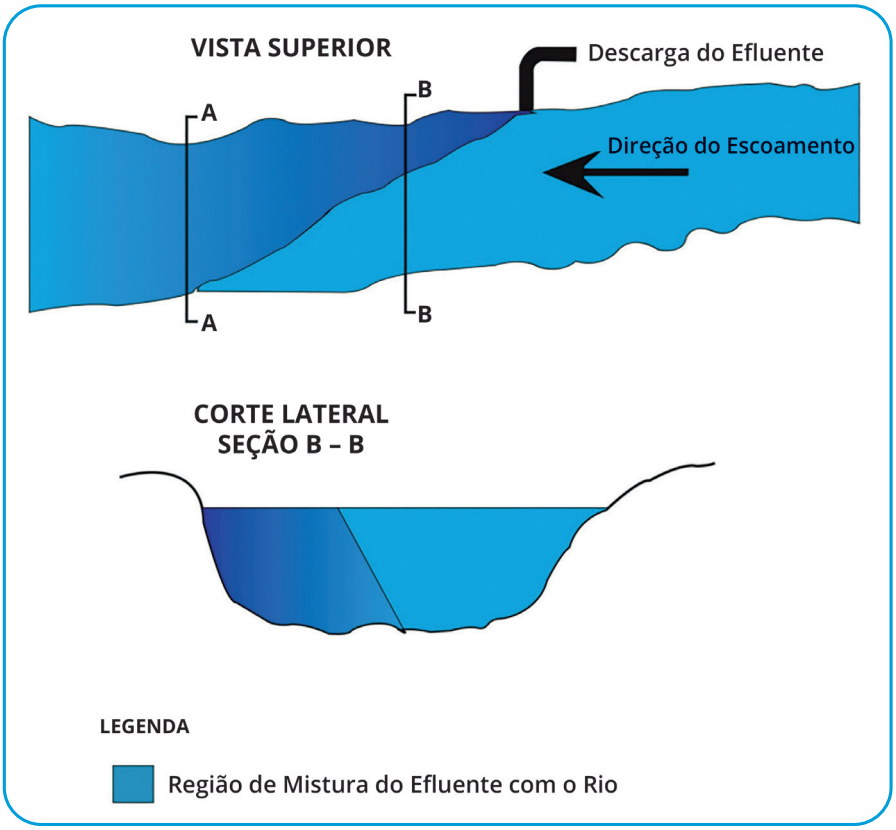


Figura 2.2. Representação esquemática da mistura de um efluente com o rio: Vista superior – dispersão lateral do efluente; Corte lateral – dispersão vertical e lateral do efluente.

Fonte: Banco de Imagens CETESB

O grau de heterogeneidade deverá ser avaliado para verificar como as características de qualidade oscilam no espaço e no tempo. Testes rápidos de campo ou uso de equipamentos que permitem medições contínuas de condutividade elétrica, temperatura e oxigênio dissolvido podem ser úteis. O uso de técnicas de traçadores, como corantes, tem se mostrado útil no estudo dos processos de mistura nos corpos de água. Contudo, no planejamento desses testes preliminares é necessário lembrar que o grau de heterogeneidade pode depender do tipo de ensaio em questão; por isso, essa avaliação deve ser feita com base em mais de um ensaio.

O posicionamento do local de amostragem também deve levar em consideração a existência de lançamentos de efluentes líquidos industriais e/ou domésticos, bem como a presença de afluentes na área de influência do ponto de amostragem. Caso haja este tipo de situação, o local de monitoramento deve estar situado após a mistura completa do referido lançamento, seja ele contínuo ou intermitente (Fig. 2.3) e deve-se conhecer as vazões do lançamento e as do rio, bem como regime de escoamento para determinar o local onde a mistura é completa. Desse modo, obtêm-se uma amostra de água representativa daquele ponto.

Em geral não se deve retirar amostras próximas às margens de rios, canais e no ponto de lançamento de despejos, exceto quando essas regiões são de interesse específico, pois a qualidade em tais pontos geralmente não é representativa de todo o corpo d'água. No caso da contribuição dos tributários (afluentes), é importante acompanhar a qualidade de suas águas, e como ela afeta o corpo principal, por meio da coleta de amostras em ponto próximo da sua desembocadura (foz) ou de acordo com o objetivo do trabalho.

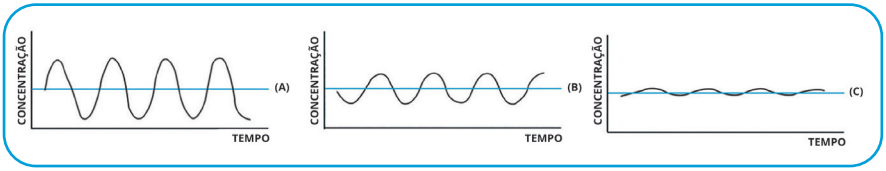


Figura 2.3. Variação da qualidade de um corpo d'água considerando a distância do ponto de lançamento de descarga: (A) Local de amostragem próximo à descarga; (B) Posição intermediária do local de amostragem; (C) Local de amostragem distante da descarga.

Fonte: Banco de Imagens CETESB

Às vezes, os locais de amostragem podem ser escolhidos erroneamente, mais pela conveniência do que por sua adaptação a uma amostragem representativa. As pontes, por exemplo, são usadas para amostragem em rios devido à sua acessibilidade, mas nem sempre são os locais mais apropriados, pois sua presença pode interferir ou alterar fatores básicos do corpo d'água. Entretanto, esta pode ser uma opção quando o local adequado de amostragem for totalmente inviável.

No Capítulo 6 e no Apêndice A encontram-se detalhes sobre os procedimentos de coleta de águas superficiais.

2.4.2 Água Subterrânea

Nos programas de coleta de amostras de águas subterrâneas devem ser considerados os objetivos da pesquisa e a área de abrangência como, por exemplo, o conhecimento da qualidade basal da água de um sistema aquífero ou as alterações da qualidade da água sob influência de uma fonte pontual ou difusa de poluição. Qualquer que seja o objetivo prioritário, o planejamento da amostragem deverá considerar a variabilidade sazonal dos níveis d'água, em consonância com o regime pluvial (períodos mais e menos chuvosos), traduzindo-se em frequência mínima semestral. A frequência, número de amostras e variáveis devem ser estabelecidos de acordo com a singularidade de cada caso, especialmente em casos de alterações de qualidade ou contaminação da água de origem antropogênica, com base em conhecimento, literatura e procedimentos científicos e legislação.

O planejamento de amostragem deve considerar a existência de nascentes e os tipos de poços (tubular, cacimba, de monitoramento, multinível) utilizados para a coleta, bem como as profundidades de interesse.

No Capítulo 7 e no Apêndice A encontram-se detalhes sobre os procedimentos para execução de coletas de águas subterrâneas.

2.4.3 Água Tratada

O princípio que orienta a amostragem é o de que as características da água são modificadas em seu percurso nos sistemas e nas soluções alternativas de abastecimento de água. Essas variações necessitam ser conhecidas, pois fornecem importantes elementos para subsidiar a avaliação do risco ao consumidor e permitir a correção do problema específico de contaminação, bem como dos problemas operacionais geradores da anomalia.

Para o controle de qualidade da água para consumo humano devem ser considerados, na definição dos pontos e locais de coleta, o monitoramento operacional para avaliar o desempenho das medidas de controle nas diversas etapas de tratamento, desde a captação no manancial até o consumidor, e o monitoramento para garantir que o processo de tratamento como um todo esteja operando de forma segura (verificação).

No Capítulo 7 e no Apêndice A encontram-se detalhes sobre os procedimentos para o planejamento e execução de amostragem de águas tratadas para consumo humano.

2.4.4 Sedimento

A seleção dos pontos de coleta de sedimento deve considerar, além do objetivo do estudo, os tipos de ambiente, os locais de lançamento da carga de poluentes e os padrões de vazão, velocidade e sentido da corrente. Muitos estudos de sedimento aplicam a abordagem que utiliza um ponto ou condições de referência dentro de uma determinada região ou bacia hidrográfica. O ponto de referência corresponde a um ambiente livre da ação antrópica ou o menos impactado dentro da área de estudo. É fundamental que as características físicas, geológicas e hidrológicas, entre os pontos a serem comparados, sejam compatíveis. Assim, dados como granulometria, teor de matéria orgânica e umidade do sedimento, tipo e grau de preservação da cobertura vegetal da margem, tipo de hábitat amostrado e ordem do rio devem ser similares entre o ponto de referência e os pontos a serem diagnosticados. São definidas as condições consideradas ideais em um ambiente preservado, estabelecendo-se valor ou faixa de valor para cada parâmetro.

Qualquer que seja o tipo de ambiente amostrado (rios, lagos, reservatórios, estuários e oceanos), a coleta para avaliação da qualidade de sedimentos (biológica, física e química) geralmente ocorre nas áreas de deposição de sedimentos finos (argila), já que normalmente são nesses locais que os contaminantes ficam retidos e a comunidade bentônica é mais desenvolvida. Em lagos, reservatórios e estuários,

o acúmulo de partículas finas ocorre na região mais profunda; em rios, nas margens deposicionais e nas áreas de remanso. A margem deposicional localiza-se no lado oposto ao da de erosão, apresentando declive mais suave e, muitas vezes, bancos de macrófitas enraizadas. Remansos ocorrem em trechos meândricos e pantanosos.

Em estudos de sedimentos, são considerados essenciais os seguintes ensaios: conteúdo orgânico (carbono orgânico total – COT ou resíduos voláteis), E_H (potencial redox), granulometria, pH (potencial hidrogeniônico), sulfetos volatilizáveis em ácido (SVA), teor de matéria orgânica e umidade. Quando são realizados estudos ecotoxicológicos e/ou de comunidades bentônicas é importante, para interpretação dos resultados, que sejam incluídas coletas de água de fundo para ensaios de nitrogênio amoniacal e oxigênio dissolvido (ver Capítulo 6).

A variabilidade do sedimento em um ponto precisa ser considerada na amostragem e decorre da heterogeneidade espacial, tanto vertical quanto horizontal. A heterogeneidade vertical é, principalmente, consequência da oscilação histórica da contaminação; a horizontal é formada pela dinâmica de deposição das partículas (apresentando-se quimicamente em mosaicos) e pela distribuição agrupada das populações bentônicas. O ideal é ter conhecimento desta variabilidade por meio da tomada de réplicas.

Se o custo do projeto e a capacidade analítica de um laboratório não permitem a execução de réplicas, pode-se optar pela obtenção de amostras compostas, sendo uma opção mais adequada do que a tomada de uma só amostra simples por ponto (ver Capítulos 3 e 6).

Em estudos de sedimento há de se considerar também a variabilidade temporal, já que as variações sazonais podem influenciar a disponibilidade de contaminantes. Em reservatórios, a dinâmica de circulação/estratificação altera a relação de oxirredução das camadas profundas de água e, em períodos de seca, a exposição do sedimento marginal. Em rios, ocorre deposição de sedimentos finos no período da seca e lavagem desse material nas chuvas. Para estudos de carac-

terização e diagnóstico e programas de monitoramento da qualidade de sedimentos, uma única coleta anual no período de seca pode ser adequada.

No Capítulo 6 e no Apêndice A encontram-se detalhes sobre os procedimentos para o planejamento e execução de amostragem de sedimento.

2.4.5 Efluentes Líquidos e Corpos Hídricos Receptores

Para definição dos locais de amostragem de efluentes líquidos (industriais, domésticos e mistos) e dos corpos hídricos receptores, devem ser considerados os objetivos envolvidos na amostragem.

Um programa de caracterização de efluentes líquidos tem como objetivos principais:

- Avaliar a eficiência e o funcionamento de sistemas de tratamento de águas residuárias, de maneira global ou de determinadas unidades, visando à otimização da sua operação e do seu desempenho;
- Avaliar os efluentes líquidos gerados pelas indústrias, estações de tratamento de esgotos domésticos, aterros sanitários e industriais e plantas de incineração de resíduos, bem como as possíveis alterações na qualidade do corpo receptor causadas pelo lançamento desses efluentes, visando a verificação do atendimento às condições e aos padrões de qualidade do corpo receptor e de emissão/lançamento de efluentes líquidos estabelecidos na legislação estadual e federal vigente;
- Obter dados e informações para fornecer subsídios à elaboração de projetos de sistemas de tratamento de águas residuárias de empreendimentos em implantação;
- Verificar a ocorrência de perdas de matérias-primas, produtos auxiliares ou acabados do processo industrial e que são agregados ao efluente líquido e, desta maneira, avaliar a possibilidade

de recirculação ou reutilização de efluentes líquidos industriais no processo industrial, dentro de um programa de prevenção à poluição;

- Determinar as cargas poluidoras potenciais e/ou remanescentes de empresas, em programas de controle de poluição de uma região ou de determinada bacia hidrográfica;
- Determinar concentrações e cargas poluidoras de efluentes líquidos de empresas, lançados na rede pública de esgotos, para fins de cobrança por parte da empresa gerenciadora do sistema público de esgotos e de minimização de impactos sobre os mesmos;
- Avaliar a contaminação do solo e das águas superficiais provocada pelos aterros sanitários e industriais e áreas contaminadas.

A confiabilidade e a representatividade de qualquer programa de amostragem para a avaliação dos efluentes líquidos e dos corpos hídricos receptores dependem fundamentalmente da seleção criteriosa dos ensaios a serem realizados, dos pontos de coleta de amostras e da utilização correta das técnicas de coleta e preservação de amostras, pois os efluentes líquidos variam em sua composição qualitativa e quantitativa, frequência e tipo de emissão, de acordo com as atividades desenvolvidas.

Ao se retirar uma amostra de qualquer efluente pretende-se que esta reproduza dados sobre as condições reais das águas residuárias geradas pelo processo, sendo o mais representativa possível. Para assegurar tais condições, o técnico deve conhecer todo o processamento industrial e o funcionamento das unidades geradoras de efluentes que possam interferir nas características dos despejos e considerar, quando pertinente, os seguintes aspectos na escolha dos locais de coleta:

- As vazões afluente e efluente do sistema são de fundamental importância para o cálculo da carga poluidora e consequente avaliação da eficiência do sistema de tratamento, bem como para a coleta de amostras compostas;

- O ponto da amostragem deve ser representativo e com turbulência, de modo a se obter uma boa mistura. Devem ser evitados locais situados a montante de vertedores devido à sedimentação de sólidos;
- As amostras devem ser tomadas no centro do canal, onde a velocidade é mais alta e a sedimentação de sólidos é mínima;

A importância da análise dos efluentes líquidos deve-se à necessidade de avaliar o possível impacto de seu lançamento em cursos de água e na rede pública coletora de esgotos, o que exige das fontes de poluição compilar e manter os registros e controles de todas as atividades de monitoramento para que possam ser implantadas medidas preventivas e/ou corretivas para controle de qualidade ambiental, incluindo uma série de compostos emergentes e/ou ainda não legislados.

Para um melhor entendimento das diferentes características dos efluentes líquidos, os mesmos podem ser classificados de acordo com sua origem em efluentes industriais, efluentes mistos (industriais e domésticos), efluentes de plantas de incineração de resíduos sólidos e efluentes percolados gerados em aterros sanitários e industriais.

2.4.5.1 Efluentes Industriais

Os efluentes líquidos em uma indústria, além dos esgotos domésticos, podem ser compostos por efluentes do processo produtivo, água de refrigeração, água de condensação, água de lavagem de equipamentos, efluentes de equipamentos de controle de poluição do ar (lavador de gases de chaminé ou de cabine de pintura) e pelos efluentes não pontuais, como as águas pluviais contaminadas, lavagem de pisos externos e derramamentos em áreas externas à área industrial.

O tipo da indústria e o completo entendimento do processo produtivo permitirão o conhecimento da origem dos efluentes líquidos industriais, bem como os materiais poluentes neles contidos.

Em uma indústria, independentemente de sua atividade, sempre há geração de esgotos domésticos, que correspondem aos descartes

de banheiros e de refeitórios. A sua carga orgânica média per capita é praticamente a mesma, qualquer que seja o ramo industrial; porém, verifica-se que sua concentração varia com a hora do dia, com o dia da semana e com a condição climática.

Outro fator que influencia as características qualitativas e quantitativas dos esgotos domésticos nas indústrias é a existência, ou não, de refeitórios e de chuveiros para banho dos funcionários. As vazões de pico, nestes casos, ocorrem nos horários das refeições e nos términos de turnos.

Uma parcela preponderante da água utilizada pelas indústrias em seus processos produtivos, na maioria dos casos, é descartada na forma de efluentes líquidos que, em função das substâncias neles contidas, podem causar poluição ao serem lançados nos corpos d´água. Portanto, os efluentes líquidos gerados devem ser submetidos a um Sistema de Tratamento de Águas Residuárias (STAR), corretamente dimensionado e operado, para possibilitar seu lançamento em um corpo hídrico ou em um sistema público de esgotos.

É preciso, portanto, realizar o levantamento industrial, processo que envolve o conhecimento do período de funcionamento da indústria, número de empregados, fluxograma do processo industrial, planta da fábrica, matérias-primas, produção, uso da água, efluente gerado, sistema de tratamento dos efluentes, condições de funcionamento dos equipamentos industriais e condições de gerenciamento da indústria.

a) Período de Funcionamento da Indústria

As indústrias operam normalmente em turnos de oito horas; algumas funcionam em três turnos, totalizando 24 horas por dia. Geralmente, o funcionamento é de segunda a sexta-feira, mas algumas são ininterruptas.

Além do horário de funcionamento da produção, é necessário verificar se o regime produtivo é contínuo ou não, e se os processos são cíclicos. É preciso também verificar se a geração de despejos ocorre

principalmente durante o período de funcionamento da fabricação ou em outros períodos (como no final da jornada diária, nos períodos noturnos, nos finais de semana, etc.), geralmente decorrente de lavagens e limpezas.

b) Número de Empregados

O número de empregados indicará o volume e a carga orgânica dos esgotos domésticos gerados. A existência ou não de refeitórios também irá influenciar nas características do despejo.

Neste item deverão ser incluídos todos os funcionários existentes no local em estudo (funcionários próprios e terceirizados), tanto das áreas produtivas como das áreas administrativas e de apoio.

c) Fluxograma do Processo Industrial

O conhecimento do processo industrial é de fundamental importância em qualquer trabalho de caracterização, pois para cada tipo de processamento há diferentes particularidades, tais como: produtos auxiliares ou catalisadores que podem proporcionar diferentes características aos despejos gerados, tanto nos seus constituintes quanto nas suas concentrações e vazões.

O fluxograma do processo industrial permitirá ao técnico visualizar a necessidade, ou não, da segregação dos despejos e, dessa forma, definir quantos serão os pontos de amostragem para a caracterização dos efluentes de uma indústria.

d) Planta da Fábrica

A planta da fábrica, juntamente com a indicação dos sistemas de distribuição de água e das redes de coleta de efluentes líquidos, irá facilitar não só o entendimento do fluxo do processo industrial como também a visualização da possibilidade da implantação de medidas de controle interno, como a recuperação de matéria-prima ou outros produtos derramados no piso e que serão arrastados nos efluentes líquidos. Permitirá também verificar a possibilidade de recirculação de efluentes

líquidos antes ou após sofrerem um tratamento específico, assim como a existência, ou não, de uma adequada segregação de despejos.

O conhecimento da rede de coleta de efluentes, da localização da estação de tratamento e dos locais de disposição de resíduos sólidos (caso haja) irá possibilitar a escolha dos melhores pontos de amostragem, para que a caracterização seja representativa. Também é importante a indicação do sistema de coleta de esgotos domésticos na planta do empreendimento, para os casos de indústrias em que haja incompatibilidade de tratamento conjunto dos mesmos.

É necessário também que a rede de águas pluviais seja indicada na planta do empreendimento, uma vez que, quando contaminadas, são consideradas efluentes líquidos e, como tais, devem ser tratadas adequadamente antes de sua disposição final. Ressalta-se que a prática de reunir as águas pluviais não contaminadas aos efluentes é proibida por lei, caracterizando-se como uma diluição e, portanto, não é aceita pelos órgãos de controle ambiental.

e) Informações sobre Matérias-Primas

A relação de matérias-primas e dos produtos auxiliares irá contribuir para a definição dos tipos de amostras a serem coletadas e dos ensaios a serem realizados. Para isto, é necessário conhecer o princípio ativo de cada substância e não somente o seu nome fantasia.

Além desta relação, deve-se ter conhecimento das quantidades utilizadas, dos métodos de armazenamento e das condições de segurança quanto aos derramamentos, que poderão representar fontes potenciais de poluição.

f) Informações sobre a Produção

A relação dos produtos fabricados, as quantidades e a frequência de fabricação dos mesmos, os tipos de embalagens utilizadas, os locais de armazenamento e a porcentagem da água incorporada ao produto são muito importantes num trabalho de caracterização de um despejo industrial. Por meio destes dados é possível fazer a com-

paração entre indústrias similares com relação aos fatores de emissão, representados pelas vazões específicas do efluente (por exemplo, m^3 de água utilizada por tonelada de produto) e cargas poluidoras específicas (por exemplo, kg de poluente por tonelada de produto), para estabelecer exigências de redução destes valores, se necessário.

g) Informações sobre o Uso da Água

Um balanço hídrico completo, contendo a indicação de todas as informações sobre o uso da água, é de extrema importância. Para isso, deve-se dispor de dados de fluxo de água industrial (água de processo, água incorporada ao produto e água liberada pela matéria-prima), água de refrigeração, água resultante de lavagens de pisos e equipamentos, água utilizada nos equipamentos de controle de poluição do ar e água para consumo humano (ingestão, lavatório, preparo de alimentos, etc.).

h) Informações sobre o Efluente Gerado

As peculiaridades na geração do efluente líquido, a possibilidade de medir a vazão por linha de descarte, a disponibilidade de redes coletoras e as condições de acesso aos locais de coleta são fatores primordiais para a definição de qualquer campanha de amostragem de efluentes líquidos. Quando necessário, é importante o conhecimento da existência, ou não, de segregação de despejos.

i) Sistema de Tratamento de Efluentes

O prévio conhecimento da descrição do sistema de tratamento de efluentes, assim como o seu fluxograma, proporciona ao responsável pela coleta uma visão global. Permite, também, uma precisa definição dos pontos de coleta e dos ensaios a serem realizados, principalmente nos casos de avaliação de desempenho do sistema de tratamento.

j) Condições de Funcionamento dos Equipamentos Industriais

As condições de conservação dos equipamentos e dos maquinários indicam a probabilidade de quebra e, por isso, podem significar

perda de matéria-prima ou de subprodutos com consequente aumento na geração de efluentes líquidos.

k) Condições de Gerenciamento da Indústria

As condições de gerenciamento de uma indústria dão uma ideia de como os assuntos relacionados ao controle da poluição são tratados. Quando existe a preocupação da implantação de programas de treinamento para os funcionários, tanto no campo produtivo como na parte ambiental, as características de seus efluentes tendem a ser diferentes daquelas indústrias onde esta política não existe.

Para realização de um levantamento industrial confiável é fundamental que os itens anteriormente citados sejam verificados com precisão. Além dos dados fornecidos pela indústria, as observações efetuadas no processo produtivo e nos pontos geradores de efluentes líquidos irão possibilitar uma melhor definição do plano de amostragem, com a escolha precisa da frequência e tempo de coleta, com uma descrição detalhada das condições físicas do ponto de coleta e medição de vazão, e a correta escolha dos ensaios a serem realizados.

Além da checagem das informações anteriormente citadas, deve ser verificada a existência de interligações indevidas, como águas de refrigeração com efluentes industriais, águas pluviais e/ou de refrigeração, existência de *bypass* no efluente bruto, entre outras. Portanto, torna-se indispensável uma criteriosa inspeção na indústria por parte do responsável pela coleta, para a seleção adequada dos equipamentos a serem utilizados na campanha de amostragem e para o dimensionamento da equipe necessária para os trabalhos.

2.4.5.2 Efluentes Mistos (Industriais e Domésticos)

A presença de efluentes industriais misturados ao esgoto doméstico em sistemas públicos de tratamento de esgotos normalmente resulta em despejos com características diferentes daquelas onde somente existe esgoto doméstico. Portanto, cuidados especiais deverão ser adotados na seleção dos ensaios a serem realizados.

2.4.5.3 *Efluentes Gerados em Plantas de Incineração de Resíduos Sólidos Industriais ou Hospitalares*

Embora guarde pontos em comum com efluentes industriais, este tipo de efluente não doméstico apresenta particularidades no plano de amostragem que devem ser observadas para que os resultados da avaliação sejam representativos.

Os pontos principais de geração de efluentes numa planta de incineração de resíduos são:

- *Quench* (resfriamento brusco de gases), quando efetuado por equipamentos via úmida, como lavador Venturi, torre de *spray* e torre de enchimento;
- Equipamentos de controle de poluição do ar por via úmida;
- Efluentes provenientes da manutenção de equipamentos;
- Águas de lavagem de pisos da planta de incineração;
- Águas de drenagem de resfriamento de escória de resíduo industrial incinerado; e
- Águas de lavagem de baías de armazenamento de resíduo hospitalar.

A maior contribuição de vazão é, sem dúvida, proveniente dos equipamentos de controle de poluição do ar via úmida.

Deve-se conhecer a quantidade e a composição do resíduo introduzido no incinerador, a quantidade e o tipo de combustível utilizado e os equipamentos que geram efluentes. É também importante a avaliação da rede de coleta de efluentes e de águas pluviais, pois em caso de derramamento e posterior lavagem decorrente do manuseio, transbordo e transporte de grandes quantidades de resíduos (algumas vezes perigosos), estes se caracterizam como efluentes e, portanto, devem ser tratados adequadamente.

2.4.5.4 *Efluentes Percolados Gerados em Aterros Industriais e Sanitários*

A disposição de resíduos sólidos em aterros industriais e sanitários gera líquidos percolados, conhecidos como chorume, que podem infiltrar e contaminar o lençol freático e, portanto, devem ser coletados e adequadamente caracterizados.

É importante ressaltar que este efluente apresenta uma composição química que varia de acordo com a idade do aterro, condições climáticas, etc., o que dificulta a determinação de sua caracterização qualitativa e quantitativa.

2.4.5.5 *Avaliação do Desempenho de STAR*

Quando se deseja efetuar apenas a avaliação do desempenho de um STAR como um todo, os pontos de amostragem a serem escolhidos são a entrada e a saída do sistema; porém, se avaliação em estudo é alguma unidade do STAR, os locais escolhidos deverão ser a entrada e a saída da unidade. Por exemplo: para um tratamento biológico realizado através de um sistema de lodos ativados, muitas vezes é necessário avaliar a operação do tanque de aeração; para isto, é necessário que a amostra seja coletada dentro desta unidade e no retorno de lodo. Portanto, para cada caso é necessário o conhecimento dos parâmetros de operação de cada unidade ou do sistema de tratamento, para escolher os locais adequados de amostragem para a avaliação de seu desempenho.

A avaliação de desempenho no sistema de tratamento levará em conta:

- Aspectos quantitativos relativos à vazão e à capacidade hidráulica do sistema de tratamento; e,
- Aspectos qualitativos relativos às características físicas, químicas e biológicas do efluente bruto e tratado.

No caso de sistemas biológicos com baixa eficiência no seu funcionamento, onde todas as condições físico-químicas e hidráulicas encontram-se de acordo com os valores recomendados, é necessário verificar os possíveis compostos tóxicos ao sistema e, neste caso, os ensaios a serem realizados deverão ser extensamente pesquisados na relação de todos os produtos químicos utilizados, independentemente da quantidade e da finalidade de seu uso.

2.4.5.6 Elaboração de Projeto de STAR

A obtenção de informações para dimensionamento de um projeto de sistema de tratamento, em muitos casos, necessita de uma amostragem prévia em diferentes pontos, para verificar se há necessidade de segregação de linhas geradoras de efluentes.

Os pontos de amostragem devem ser selecionados de forma a representar as características dos efluentes a serem tratados. Caso os efluentes sejam lançados em várias linhas e unificados antes da entrada do STAR, a amostragem deverá ser feita após a unificação das linhas. Caso não seja possível esta reunião, a amostragem deverá ser feita em cada linha, caracterizando o efluente a ser tratado.

É imprescindível que a amostragem de efluentes seja representativa, ou seja, a sua caracterização deve ser realizada por meio de amostragem composta por alíquotas coletadas, preferencialmente, com o volume proporcional à vazão no efluente bruto durante, pelo menos, o período diário de produção da empresa.

2.4.5.7 Seleção dos Ensaios

Para a avaliação dos efluentes líquidos de uma indústria, quanto ao atendimento às condições e padrões de emissão (lançamento), deve-se selecionar os ensaios pertinentes àquele tipo de atividade industrial e outros específicos àquela empresa, levando-se em conta suas particularidades, observadas no roteiro de informações descritas,

não necessitando analisar todos os parâmetros listados na legislação estadual e/ou federal.

No caso de estação de tratamento de esgotos domésticos, a escolha dos ensaios depende, além das suas características, dos possíveis tipos de indústrias existentes na região cujos efluentes drenam para esta estação.

A escolha das análises dos efluentes de plantas de incineradores ou do líquido percolado em aterros industriais deve considerar os possíveis constituintes existentes nos materiais incinerados ou nos resíduos dispostos, para possibilitar a seleção dos ensaios adequados.

Em relação ao atendimento às condições e padrões de qualidade do corpo receptor, deve-se escolher os ensaios indicados na legislação que estão relacionados com a atividade industrial em questão, em que estes possam ser alterados pelo lançamento do efluente líquido, sendo necessário realizar a amostragem no corpo receptor, a montante e a jusante dos lançamentos da indústria ou da unidade geradora de efluentes líquidos.

Os parâmetros a serem analisados para a avaliação dos efluentes visando à implementação de sistemas de reuso de água dependem do processo produtivo e de quais contaminantes serão tolerados no reuso.

Muitas vezes para o atendimento aos padrões da legislação é necessária a inclusão de ensaios ecotoxicológicos. Além desses, recomenda-se também a realização do Teste de *Salmonella*/microssoma (Teste de Ames – mutagenicidade), apesar deste não constar nas legislações vigentes, uma vez que se trata de uma importante ferramenta no diagnóstico ambiental e no monitoramento da qualidade dos corpos d'água receptores quanto à presença de compostos mutagênicos.

A escolha dos parâmetros dependerá, além dos objetivos do programa citados anteriormente, do tipo de efluente e da classe dos corpos hídricos receptores. Para tanto, é fundamental manter-se atualizado, consultando a legislação vigente nos *sites* das instituições responsáveis

pela sua elaboração e/ou homologação, como ANA (Agência Nacional de Águas), ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente), IBAMA (Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis), OMS (Organização Mundial de Saúde), SMA (Secretaria do Meio Ambiente) de cada estado, entre outros.

No Capítulo 6 e no Apêndice A encontram-se detalhes sobre os procedimentos para o planejamento e execução de amostragem de sedimento.

No Apêndice B encontram-se indicados os ensaios pertinentes a diversas atividades industriais; contudo deve ser utilizado apenas como referência, devendo o técnico acrescentar ou não outras variáveis com base no levantamento industrial e/ou nas legislações vigentes.

2.4.6 Atendimento à Emergências Químicas

Emergências químicas são eventos indesejados, não planejados, que podem envolver diferentes produtos e resíduos químicos, pertencentes a diferentes classes de risco, e a contaminação do meio ambiente é a finalidade da avaliação do evento acidental, sobre vários contextos e finalidades.

A coleta de amostras em emergências químicas constitui uma demanda frequente em situações de emergências envolvendo produtos químicos, principalmente quando da contaminação de solo e/ou água. Em certos casos, as amostras podem ser coletadas imediatamente após o acidente com a finalidade de identificar a fonte do vazamento, como em áreas portuárias, visando caracterizar e comparar o perfil químico de óleo (*fingerprint*) presente em ambientes aquáticos com as características químicas de óleos coletados de diferentes fontes potenciais. Por meio dessa comparação, é possível reconhecer a fonte poluidora (NOAA, 2014). Em outras ocasiões, as coletas de amostras necessitam de um prazo maior quando são feitas coletas sequenciais conforme um planejamento pré-estabelecido, visando conhecer o comportamento e

os níveis de decaimento de determinado produto químico em função da resposta que está sendo implementada durante a emergência. Tais coletas permitem avaliar se as ações de resposta estão sendo adequadas ou se é necessária a implantação de outras ações, de modo a acelerar a recuperação do meio atingido (IPIECA, 2020).

Ensaios para a determinação de parâmetros físicos e químicos durante a emergência também são importantes, uma vez que em muitos casos a contaminação química, ou mesmo por produtos não classificados como perigosos (óleo vegetal, concentrados cítricos, entre outros), pode provocar a alteração de características do ambiente avaliado, como temperatura da água, pH, oxigênio dissolvido, dentre outros.

Eventualmente, pode ser de interesse a aplicação de novas propostas de ação, baseadas em novas tecnologias, as quais podem ser testadas visando constatar sua eficiência. Para tanto, pode-se planejar estudos de campo (*in situ*), onde determinada área é tratada com o método desejado. Por meio de coletas realizadas na área tratada e não tratada com o método, pode-se inferir sobre a eficiência da ação comparando-se as concentrações do poluente presente nas amostras coletadas e analisadas em laboratório.

A coleta de amostras e os ensaios de interesse vão depender do produto químico envolvido no acidente. Dessa forma, em um acidente envolvendo produtos químicos corrosivos, é claramente necessária a determinação do pH do meio atingido. Em casos de acidentes envolvendo óleo (petróleo e/ou seus derivados), devem ser realizadas coletas de amostras para a determinação dos níveis de hidrocarbonetos (óleos e graxas, hidrocarbonetos policíclicos aromáticos, hidrocarbonetos totais do petróleo, etc.). Sendo tais produtos químicos muitas vezes tóxicos aos organismos aquáticos, comumente é feita a coleta de amostras para ensaios de ecotoxicidade.

Os produtos químicos, resíduos químicos ou mesmo produtos do combate a acidentes, como água de combate a incêndio, podem alterar

variáveis físicas de corpos d´água. Assim, um acidente envolvendo um produto com elevada carga orgânica, mesmo não sendo uma substância química (como, por exemplo, o chorume), poderá ocasionar um aumento da Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO) e a necessidade de determinação das concentrações de oxigênio dissolvido no corpo d´água atingido.

Um dos principais objetivos da realização de coleta de amostras em emergências químicas é a identificação da presença e das concentrações dos contaminantes presentes na área atingida (ITOPF, 2012), sendo necessárias coletas em locais próximos ao ponto onde ocorreu o acidente e coletas em pontos mais distantes, de modo a identificar a presença e extensão da área contaminada com o produto químico, bem como possíveis gradientes espaciais.

Para acompanhar a recuperação de sítios atingidos pode-se realizar coletas subsequentes, de acordo com periodicidade adequada e compatível ao cenário acidental. A coleta permitirá, por exemplo, aferir se as ações de resposta estão sendo adequadas ou mesmo conhecer o processo de recuperação dos locais atingidos por meio do acompanhamento dos resultados dos ensaios realizados. Nesse sentido, o estabelecimento de ponto(s) controle(s) auxilia(m) a identificação dos níveis de contaminação, bem como o acompanhamento da recuperação de locais atingidos por produtos químicos em emergências. Na prática, os locais de controle em estudos de campo nunca são completamente idênticos aos locais atingidos pelo acidente. Normalmente, quando necessário, são selecionados "pontos controle representativos" semelhantes o tanto quanto possível à área atingida.

2.5 Apoio Operacional

Os veículos, embarcações, equipamentos, frascaria, material de preservação e acondicionamento de amostras devem estar disponíveis em quantidade e qualidade adequadas, evitando-se adaptações de última hora.

2.6 Capacidade Analítica Laboratorial

No planejamento da amostragem deve ser considerada a capacidade analítica do(s) laboratório(s) quanto à quantidade de amostras que podem ser processadas e os tipos de ensaios a serem realizados, limites de detecção e quantificação, métodos de ensaio, disponibilidade de padrões e cronograma de atendimento. É importante considerar os seguintes conceitos nessa etapa:

- Concentração mínima de interesse do analito: é um dado fundamental para a seleção de métodos analíticos que devem ser empregados em um planejamento. Normalmente é definida por legislação ou publicada como padrão internacional, e serve de orientação para a definição das técnicas de coleta e dos limites de quantificação aceitáveis para os métodos analíticos que serão utilizados para a tomada de decisão ambiental.
- Limite de detecção do método (LDM): menor concentração de uma substância que pode ser detectada, mas não necessariamente quantificada, pelo método utilizado.
- Limite de quantificação (LQ): é a menor concentração de um analito que pode ser determinada com um nível de aceitabilidade que garanta sua representatividade. Após ter sido determinado, esse limite serve para orientar e avaliar se a precisão e a exatidão do método analítico escolhido atendem aos objetivos do plano. Normalmente, para embasar substancialmente as decisões ambientais, é recomendável que o limite de quantificação de um método seja pelo menos 50% menor do que a concentração mínima de interesse. Na ausência de métodos oficiais (USEPA, *Standard Methods*, ISO, etc.) que atendam à concentração mínima de interesse do analito recomenda-se adotar o método que melhor atenda a esse limite.
- Incerteza de medição: parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão de valores associados a um resultado que podem ser razoavelmente atribuídos ao mensurando, isto é, a gran-

deza que se deseja medir (VIM, 2012). É usada para avaliar a exatidão, precisão e confiabilidade de um resultado analítico. A definição dos valores máximos de incerteza dos resultados deve ser estabelecida juntamente com a concentração mínima de interesse e deve ser usada para auxiliar na escolha das metodologias analíticas adotadas.

2.7 Recursos Financeiros e Humanos

São os recursos necessários para realizar os trabalhos de campo, as tarefas analíticas e as de interpretação de dados. Sob este aspecto, convém planejar criteriosamente os ensaios a serem realizados, o número de amostras a serem examinadas e a frequência de sua coleta, adequando-os aos recursos disponíveis.

Tanto em programas de monitoramento, onde são avaliadas as tendências e a eficácia das medidas de controle da poluição, como em levantamentos específicos, devem ser elaborados cronogramas de desenvolvimento dos trabalhos, considerando todas as atividades envolvidas, a sazonalidade e a disponibilidade para alocação dos recursos humanos e materiais.

2.8 Elaboração do Plano de Amostragem

O planejamento da amostragem é documentado sob a forma de um plano de amostragem e sua elaboração deve considerar todos os envolvidos no processo, especialmente os encarregados pelo estudo e interpretação dos resultados, equipe responsável pela coleta de amostra e laboratórios envolvidos nos ensaios.

Recomenda-se que o plano de amostragem contenha, no mínimo, as seguintes informações:

- Objetivo geral e objetivos específicos, quando aplicável;
- Duração;
- Definição dos locais a serem amostrados com detalhamento de matrizes e/ou natureza das amostras;

- Frequência de coleta;
- Metodologia(s) de coleta e manuseio das amostras;
- Definição de equipamentos a serem utilizados na coleta;
- Seleção dos ensaios a serem realizados, em campo e/ou em laboratório;
- Definição dos valores de interesse e limites de quantificação;
- Definição dos métodos analíticos;
- Quantidade necessária de amostra para cada ensaio ou grupo de ensaios;
- Informações sobre as preservações e validade das amostras;
- Estabelecimento dos procedimentos para monitorar a validade dos resultados;
- Definição de pessoal responsável pelas diferentes etapas do processo.

Qualquer outro detalhe importante para a execução das diferentes etapas do processo (como croquis de localização de pontos, levantamento da planta e processo industrial, plantas hidrográficas da região, etc.) pode ser inserido no Plano de Amostragem que deve estar prontamente disponível para consulta nos locais de coleta.



CAPÍTULO 3

PLANEJAMENTO E ORGANIZAÇÃO DOS TRABALHOS DE CAMPO

3. PLANEJAMENTO E ORGANIZAÇÃO DOS TRABALHOS DE CAMPO

Estabelecido o Plano de Amostragem, que inclui a definição dos objetivos, dos locais e frequência de coleta, dos ensaios, dos métodos analíticos e de coleta adequados e o cronograma de atividades, passa-se para as etapas de planejamento, organização e execução dos trabalhos de campo.

Neste capítulo encontram-se orientações quanto ao planejamento das atividades, aos tipos de coleta, preservação, acondicionamento, transporte e armazenamento de amostras, bem como recomendações a respeito de segurança nos trabalhos de campo.

Maiores detalhes sobre as técnicas e tipos de preservação, o tipo de recipiente, o volume de amostra necessário, o armazenamento e o prazo de validade das amostras para ensaios físico-químicos, microbiológicos, biológicos e toxicológicos encontram-se no Apêndice A. No Apêndice C encontram-se descritos os procedimentos para preparo de soluções utilizadas na preservação das amostras e, quando aplicável, execução dos ensaios.

3.1 Planejamento das Atividades

O planejamento correto das atividades de campo é de importância fundamental para o sucesso dos trabalhos e deve envolver os seguintes aspectos:

- Seleção de itinerários racionais, observando-se os acessos, o tempo para coleta e preservação das amostras e o prazo para seu envio aos laboratórios, obedecendo-se o prazo de validade das amostras para cada ensaio, a capacidade analítica e o horário de atendimento e funcionamento dos laboratórios envolvidos. Muitos programas de amostragem necessitam de vários dias para serem desenvolvidos, o que exige encaminhar as amostras coletadas diariamente aos laboratórios por despa-

chos rodoviários ou aéreos. Nesses casos, devem-se planejar coletas calculando-se a localização e os horários das empresas transportadoras;

- Certificação de que a programação de coleta foi enviada aos laboratórios envolvidos e de que os mesmos tenham condições de atender ao programa;
- Verificação da existência de eventuais características nos pontos de coleta que possam exigir equipamentos ou cuidados especiais, o que permitirá a sua adequada seleção e preparo. Isto vale especialmente para o caso de coletas utilizando embarcações, coletas de sedimentos, peixes e organismos bentônicos, coletas em locais de difícil acesso ou com alto risco de acidentes (rios caudalosos, mar, pontes de tráfego intenso, amostragem em indústrias, etc.);
- Preparação de tabelas ou listas de verificação contendo os equipamentos e materiais necessários aos trabalhos (fichas de coleta, frascos para as amostras, preservantes químicos, caixas térmicas, gelo, equipamentos de coleta e de medição, *GPS*, cordas, embarcações, motores de popa, equipamentos de segurança, etc.). É conveniente levar frascos reserva para o caso de amostragem adicional, perda ou quebra de frascos; e
- Verificação da disponibilidade e funcionamento adequado dos equipamentos utilizados para amostragem e de apoio.

Convém assegurar-se de que os técnicos envolvidos nas atividades de coleta estejam devidamente treinados e capacitados para utilizar as técnicas específicas de coleta e preservação de amostras, operar os equipamentos, localizar precisamente os pontos de coleta e realizar as atividades de acordo com os princípios de segurança em trabalhos de campo. É fundamental que observem e anotem quaisquer fatos ou anormalidades que possam interferir nas características das amostras, nas determinações laboratoriais ou na interpretação dos dados (cor, odor ou aspecto estranho, presença de algas, óleos, corantes, material

sobrenadante, peixes ou outros animais aquáticos mortos). Devem ainda ter condições para estabelecer, se necessário, pontos de amostragem alternativos e outros ensaios complementares para uma melhor caracterização do ambiente em estudo. Um técnico bem treinado, consciente e observador é de importância fundamental para o êxito dos objetivos dos programas de avaliação e monitoramento ambientais.

É importante destacar que as coletas de amostras ambientais podem depender de autorização prévia dos órgãos competentes, como o Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade (ICMBio). Maiores informações podem ser obtidas no site do Sistema de Autorização e Informação em Biodiversidade (SISBIO) (http://www4.icmbio.gov.br/sisbio/). Recomenda -se que, durante o planejamento da amostragem, seja realizada uma verificação da legislação vigente.

3.2 Coleta e Preservação de Amostras

3.2.1 Tipos de Coleta

A amostragem é, provavelmente, um dos passos mais importantes para a avaliação de um ambiente ou área de estudo; portanto, é essencial que a coleta seja realizada com planejamento, precaução e técnica, para evitar possíveis contaminações e/ou perdas e dar origem à uma amostra representativa do todo que se deseja caracterizar.

A técnica a ser adotada para a coleta de amostras depende da matriz (água superficial, água subterrânea, água tratada, água residuária, sedimento, biota aquática, entre outras), do tipo de coleta (simples, composta ou integrada) e, também, dos ensaios (físico-químicos, microbiológicos, biológicos e toxicológicos).

Para definir a natureza da amostra coletada, nesse Guia são adotados códigos que se referem à classe da amostra: A – Amostras de água tratada; B – Amostras de água bruta; C – Amostras de água residuária; D – Amostras de solo, sedimento, lodo, material sólido

de dragagem, resíduo sólido e semissólido em geral; E – Amostras de materiais biológicos. As definições de cada uma delas encontram-se no Glossário.

As coletas podem ser simples, compostas ou integradas (Fig. 3.1). A coleta simples, também chamada de pontual ou instantânea, consiste na tomada de amostra de um local específico em um curto espaço de tempo, normalmente em um intervalo de segundos (APHA; AWWA; WEF, 2023). O número de tomadas dependerá do volume de material necessário para a realização dos ensaios subsequentes. Para ensaios relacionados a analitos ou propriedades instáveis ou bastante sensíveis aos processos de transferência e homogeneização, como determinações de gases dissolvidos e compostos orgânicos voláteis, a coleta deve ser realizada a partir de uma única tomada de amostra.

A coleta composta é aquela associada a combinação de uma série de amostras simples, obtidas ao longo de um certo período de tempo, profundidade, seção ou até mesmo em locais diferentes. Esta técnica é adotada como alternativa para obtenção de resultados médios em casos de matrizes heterogêneas ou quando exista alguma limitação na quantidade de amostras a serem analisadas, porém apresenta risco de diluição de analitos para valores abaixo dos limites de quantificação e aumento do potencial de interferências analíticas (APHA; AWWA; WEF, 2023). Não se recomenda o emprego de coletas compostas quando as propriedades ou analitos de interesse são considerados instáveis e/ou suscetíveis a perdas durante o processo de composição (óleos e graxas, acidez, alcalinidade, dióxido de carbono, cloro residual, crômio hexavalente, nitrito, compostos orgânicos voláteis, oxigênio dissolvido, temperatura, pH, etc.). É essencial a tomada de medidas, de acordo com as preservações recomendadas nos diferentes métodos, para evitar a alteração das amostras durante a composição, como a refrigeração de todas as porções de amostra assim que coletadas.

A coleta integrada é aquela realizada com amostradores que permitem a coleta simultânea, ou em intervalos de tempo bastante próximos, de porções que serão reunidas em uma única amostra.

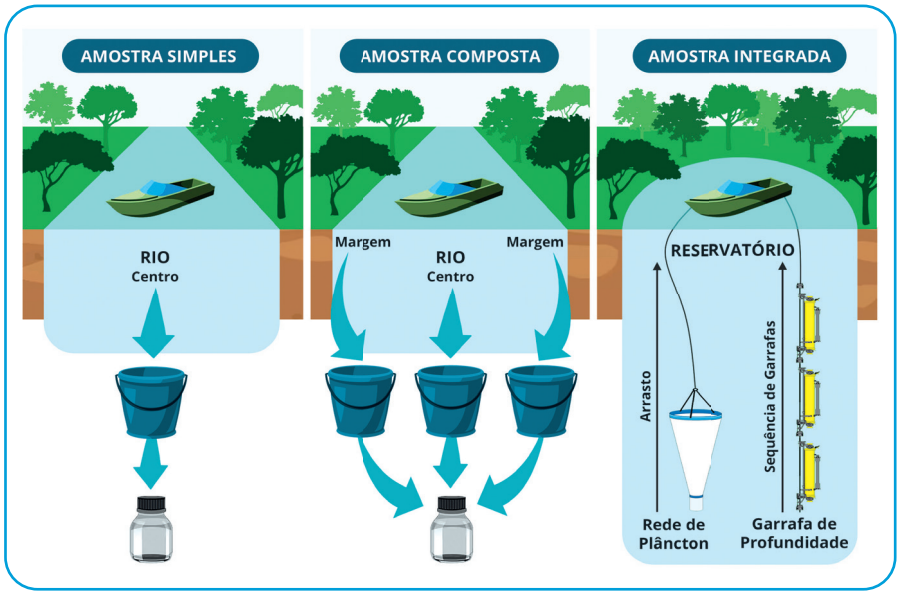


Figura 3.1. Representação dos diferentes tipos de coleta em água bruta superficial. Amostragem simples; Amostragem composta; Amostragem integrada.

Fonte: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de Imagens CETESB.

Para uma melhor representatividade do local amostrado, pode-se também realizar a amostragem em replicata (geralmente duplicata ou triplicata) quando amostras simples são coletadas de modo sequencial e independente, em um curto período de tempo e/ou espaço.

A coleta de água varia também em função da profundidade em que foi realizada, podendo ser na superfície (entre 0 e 30 cm da lâmina d´água) ou em diferentes profundidades, sendo estas últimas realizadas obrigatoriamente com o auxílio de equipamento adequado, tomando-se o cuidado de não provocar a suspensão do sedimento próximo ao fundo. A profundidade total do local de amostragem é verificada em campo com auxílio de uma corda metrada com um peso extra, tipo poita, com ecobatímetro da embarcação ou com medidores de profundidade portáteis.

3.2.2 Preservação de Amostras

Independente da natureza da amostra, a estabilidade completa para cada constituinte nunca pode ser obtida. As técnicas de preservação, a seleção adequada dos frascos e a forma de armazenamento têm por objetivo retardar a ação biológica e a alteração dos compostos químicos; reduzir a volatilidade ou precipitação dos constituintes e os efeitos de adsorção; e/ou preservar organismos, evitando ou minimizando alterações morfológicas, fisiológicas e de densidades populacionais, em todas as etapas da amostragem (coleta, acondicionamento, transporte, armazenamento, até o momento do ensaio).

As alterações químicas que podem ocorrer na estrutura dos constituintes acontecem, principalmente, em função das condições físico-químicas da amostra. Assim, metais podem precipitar-se como hidróxidos ou formar complexos com outros constituintes; os cátions e ânions podem mudar o estado de oxidação; íons podem ser adsorvidos na superfície interna do frasco de coleta; e outros constituintes podem dissolver-se ou volatilizar-se com o tempo.

As ações biológicas podem conduzir à alteração da valência de elementos ou radicais. Os constituintes solúveis podem ser convertidos em matéria orgânica e, com a ruptura das células, esses constituintes podem ser liberados na solução. Os ciclos biogeoquímicos, como do nitrogênio e do fósforo, são exemplos dessa influência biológica na composição da amostra.

As técnicas de preservação de amostras mais empregadas são: adição química, congelamento e refrigeração.

3.2.2.1. Adição Química

O método de preservação mais conveniente é o químico, através do qual o reagente é adicionado prévia (como para ensaios microbiológicos) ou imediatamente após a tomada da amostra, promovendo a estabilização dos constituintes de interesse por um período maior. Contudo, para cada ensaio existe uma recomendação específica (Apên-

dice A). Geralmente é realizada com o auxílio de um frasco dosador, frasco conta-gotas, pipeta, proveta, entre outros.

> ***Atenção!***
>
> Em relação à prévia adição de reagente aos frascos de coleta, deve-se tomar alguns cuidados, como a possível perda de preservantes em situações de transbordamento do volume da amostra ou a contração de organismos (como zooplanctônicos) devido ao contato com concentrações elevadas de formol.

3.2.2.2. Congelamento

É uma técnica aceitável apenas para alguns ensaios e serve para aumentar o intervalo entre a coleta e o ensaio da amostra *in natura*, sem comprometer esta última.

É inadequada para as amostras cujas frações sólidas (filtráveis e não filtráveis) alteram-se com o congelamento e posterior retorno à temperatura ambiente, e para a maioria das determinações biológicas e microbiológicas.

A temperatura de congelamento é variável e depende do ensaio e/ou natureza da amostra, sendo necessária a consulta à norma ou método de referência.

3.2.2.3. Refrigeração

Constitui uma técnica comum em trabalhos de campo e pode ser utilizada para preservação de amostras mesmo após a adição química, sendo empregada frequentemente na preservação de amostras para ensaios microbiológicos, físico-químicos orgânicos e inorgânicos, biológicos e toxicológicos.

Fique atento!

As recomendações de preservação dependem do ensaio e dos diferentes métodos e técnicas analíticas associados.

Algumas sugestões constam no Apêndice A, porém é fundamental que o laboratório responsável seja consultado.

3.3 Acondicionamento, Transporte e Armazenamento de Amostras

3.3.1 Acondicionamento

Neste item encontram-se orientações para o acondicionamento de amostras quanto ao tipo, limpeza e preparo dos recipientes utilizados.

3.3.1.1 Tipos de Recipientes

Os tipos de recipientes mais utilizados para coleta e preservação de amostras são os de plástico autoclavável de alta densidade (polietileno, polipropileno, policarbonato ou outro polímero inerte) e os de vidro neutro, com boca de mais ou menos 4 cm de diâmetro para facilitar a coleta da amostra e a limpeza. De uma maneira geral, recipientes de vidro e plástico inertes apresentam vantagens e desvantagens (Tab. 3.1), porém deve-se atentar que alguns ensaios requerem materiais mais específicos para o frasco de coleta, como coloração âmbar, vidro de borossilicato, batoque, proteção da tampa com septo de teflon, etc.

CONDIÇÕES OPERACIONAIS	MATERIAL	
	VIDRO	PLÁSTICO
INTERFERÊNCIA NA AMOSTRA	Indicado para a maioria dos ensaios orgânicos. Inerte à maioria dos constituintes, exceto à forte alcalinidade. Adsorve metais em suas paredes.	Indicado para a maioria dos ensaios físico-químicos, inorgânicos e microbiológicos. Podem ser fonte de interferentes/contaminantes para alguns ensaios.
PESO	Pesado	Leve
RESISTÊNCIA À QUEBRA	Frágil	Resistente
LIMPEZA	Fácil	Difícil remoção de alguns componentes adsorvíveis.
ESTERILIZÁVEL	Sim	Alguns tipos são autoclaváveis.

Tabela 3.1. Comparação entre recipientes de vidro e plástico inertes.

Os recipientes de plástico apresentam maiores vantagens por serem leves e resistentes à quebra, e são recomendados quando o plástico é aceitável na coleta, devido ao baixo custo e à menor adsorção de íons de metais. Recipientes de polietileno também podem ser usados, porém são menos rígidos e, consequentemente, apresentam uma menor resistência à autoclavação.

Os frascos podem ser de vidro neutro ou de borossilicato. A desvantagem deste tipo de material é o seu peso e a possibilidade de quebra durante o seu manuseio e transporte. O vidro de borossilicato é o recomendado por ser inerte à maior parte dos materiais e é indicado para determinados tipos de ensaios, como os microbiológicos, agrotóxicos e de óleos e graxas; entretanto, possui um custo mais elevado.

Os recipientes podem ser também do tipo descartável ou reutilizável. Os recipientes descartáveis são utilizados quando o custo da limpeza é alto. Estes devem estar limpos, serem à prova de vazamento

e, quando necessário, estéreis. Os recipientes reutilizáveis são usados quando o custo de limpeza é baixo em comparação com o custo de aquisição de novos recipientes. Devem ser de fácil lavagem e, se necessário, resistentes a temperaturas elevadas.

A capacidade dos recipientes varia em função do volume de amostra necessário para os ensaios a serem efetuados. O frasco geralmente precisa ter capacidade suficiente para conter a amostra e deixar um espaço que permita uma boa homogeneização, a menos que o procedimento recomende a coleta com o frasco totalmente cheio. Normalmente, empregam-se frascos de 250 mL, 500 mL, 1 L e 5 L. Todavia, recipientes com capacidades menores ou maiores podem ser necessários, de acordo com os ensaios a serem realizados. No caso das amostras de sedimento, podem ser acondicionadas em potes ou sacos plásticos de polietileno, potes de vidro de cor âmbar (ou envoltos em papel alumínio) e sacos plásticos reforçados (APHA; AWWA; WEF, 2023).

É fundamental que o recipiente, a tampa e o batoque estejam livres do analito de interesse, especialmente quando os limites de quantificação são baixos. A escolha do material do frasco é de extrema importância, pois alguns analitos da amostra podem ser adsorvidos pela parede do recipiente e/ou alguns contaminantes do recipiente podem ser liberados na amostra. Para a maioria dos ensaios de compostos orgânicos, evita-se recipientes plásticos devido ao seu potencial de contaminação, principalmente por ésteres de ftalato e, considerando que alguns desses compostos (incluindo os pigmentos fotossintetizantes) são fotodegradáveis, é necessário utilizar frascos de vidro de cor âmbar ou, na impossibilidade, envolver os frascos transparentes em papel alumínio ou *kraft*. Para a análise de metais, tomar cuidado para que a amostra não entre em contato com batoques metálicos. Para a realização de ensaios microbiológicos, os recipientes devem ser esterilizados. Como regra geral, as tampas e os batoques devem garantir uma boa vedação da amostra, especialmente durante o transporte.

3.3.1.2 Limpeza e Preparo de Recipientes

A limpeza dos recipientes, tampas e batoques é de grande importância para impedir a contaminação das amostras com o analito de interesse. Um exemplo dessa contaminação é o uso de detergentes comuns para lavar recipientes empregados nos ensaios de surfactantes e fosfatos. Deve-se garantir que os procedimentos de lavagem sejam eficazes para a limpeza e não interfiram nos resultados analíticos, portanto fatores como a qualidade e composição dos detergentes, pureza das soluções usadas, tempo de contato com os reagentes, controle da temperatura, dentre outros, devem ser observados.

Os procedimentos manuais mais utilizados na limpeza e preparo de frascaria são listados a seguir (limpeza básica e especial).

> ***Dica!***
>
> Procedimentos automáticos podem ser empregados utilizando-se máquina de lavagem de vidraria, com o desenvolvimento de programas apropriados para cada tipo de frascaria.
>
> Vale ressaltar que, apesar das recomendações deste Guia, é fortemente recomendado que o laboratório responsável pelas análises seja consultado, para verificar necessidades analíticas específicas que possam requerer procedimentos de lavagem diferenciados.

a) Limpeza Básica de Frascaria

1. Deixar os frascos, tampas e batoques de molho em solução de detergente alcalino 0,1% por tempo suficiente para facilitar a remoção dos resíduos da amostra e possíveis etiquetas;
2. Esfregar os frascos com gaspilhão até retirada total dos resíduos;
3. Esfregar com esponja e detergente neutro a parte externa dos frascos;

4. Enxaguar com água corrente para retirada do detergente (se necessário, usar água quente);
5. Realizar enxágue final com água reagente;
6. Colocar em estufa entre 70 e 100 °C, durante duas horas, para secagem ou deixá-los secar com a boca para baixo sobre papel filtro absorvente;
7. Tampar e armazenar em local apropriado (seco e livre de poeira).

No caso de recipientes novos descartáveis ou de vidro, enxaguar cada frasco, tampa e batoque com água reagente (ver Glossário). Normalmente este procedimento é suficiente para garantir a limpeza dos frascos. Entretanto é necessário realizar o teste de branco de frascaria para atestar a limpeza desses frascos (ver Capítulo 4).

b) Limpeza Especial

Neste Guia, os procedimentos especiais de lavagem são adotados para a limpeza dos recipientes para os ensaios de metais/fósforo, óleos e graxas, compostos orgânicos (semivoláteis e voláteis), microbiológicos e mutagenicidade.

Limpeza para ensaios de metais e fósforo

1. Imergir os frascos e suas tampas em solução de ácido nítrico 10%, mantendo-os assim por, no mínimo, 48 horas;
2. Retirá-los da solução, escoando o resíduo de solução;
3. Enxaguá-los com água reagente;
4. Deixá-los secar com a boca para baixo sobre papel filtro absorvente;
5. Tampar e identificar o lote, que ficará aguardando o resultado do ensaio do branco de frascaria (ver Capítulo 4);
6. Armazenar em local específico apropriado (livre de poeira);

7. Após o resultado satisfatório do ensaio de branco de frascaria, identificar cada frasco com o número de lote.

Recomenda-se, para cada lote, a realização do ensaio de branco de lavagem para todos os metais de interesse, utilizando-se o mesmo método que será empregado no ensaio.

Esta lavagem é empregada nos recipientes para os ensaios de crômio hexavalente, fósforo total, fósforo dissolvido, metais, semimetais e metais dissolvidos (Apêndice A).

Limpeza para ensaios de óleos e graxas

1. Deixar os frascos, tampas e batoques de molho em solução de detergente alcalino 0,1% por tempo suficiente para facilitar a remoção dos resíduos da amostra e possíveis etiquetas;
2. Esfregar os frascos com gaspilhão até a retirada total dos resíduos;
3. Esfregar com esponja e detergente neutro a parte externa dos frascos;
4. Enxaguar abundantemente com água corrente quente (no mínimo 5 vezes) ou na máquina de lavar com água quente (no mínimo 2 vezes);
5. Enxaguar com n-hexano para remover quaisquer resíduos que possam interferir na análise;
6. Enxaguar com água reagente;
7. Deixá-los secar com a boca para baixo sobre papel filtro absorvente;
8. As tampas e os septos devem ser lavados e secos pelo mesmo procedimento, porém em alternativa podem ser secos em temperatura entre 110 e 200 °C por pelo menos 1 hora (testar resistência do material antes da aplicação);
9. Armazenar em local protegido (livre de poeira).

NOTA: Como alternativa ao enxágue dos frascos com solvente, tampá-los com papel alumínio e levar à estufa em temperatura entre 200 e 250 °C por pelo menos 1 hora (não aplicável para tampas e septos).

Limpeza para ensaios de compostos orgânicos semivoláteis e ensaios bioanalíticos

1. Remover os resíduos dos frascos com água corrente quente para retirar a sujeira grosseira;
2. Lavar com detergente enzimático 0,5%, ou similar, com auxílio de gaspilhão e esponja de limpeza;
3. Enxaguar abundantemente com água corrente quente (no mínimo 5 vezes) ou na máquina de lavar com água quente (no mínimo 2 vezes);
4. Enxaguar com água reagente;
5. Colocar os frascos em estufa (270 °C – 300 °C) por, no mínimo, 8 horas para remover completamente qualquer composto orgânico. Uma alternativa para a remoção desses compostos é a rinsagem dos frascos com metanol ou isopropanol;
6. As tampas e os septos devem ser lavados pelo mesmo procedimento, entretanto o processo de secagem deve ser realizado em estufa em temperatura inferior a 100 °C;
7. Tampar e identificar o lote que ficará aguardando o resultado do ensaio do branco de frascaria (ver Capítulo 4);
8. Armazenar em local protegido (livre de poeira);
9. Após o resultado satisfatório do ensaio do branco de frascaria, identificar cada frasco com o número do lote.

Esta lavagem é empregada nos recipientes para os ensaios de fenóis por cromatografia, herbicidas fenoxiácidos, HPAs (hidrocarbonetos policíclicos aromáticos), agrotóxicos, PCBs (bifenilas policloradas), atividade estrogênica e atividade glicocorticoide (Apêndice A).

Limpeza para ensaios de compostos orgânicos voláteis

1. Remover os resíduos dos frascos com água corrente quente para retirar a sujeira grosseira;
2. Lavar com detergente enzimático a 0,5%, ou similar, com auxílio de gaspilhão e esponja de limpeza;
3. Enxaguar com água corrente quente (no mínimo 5 vezes), ou enxaguar na máquina de lavar com água quente (no mínimo 2 vezes);
4. Enxaguar com água reagente e secar em estufa em temperatura entre 100 e 150 °C por, no mínimo, 1 hora;
5. O mesmo procedimento deve ser aplicado ao septo de teflon (se reutilizado) e a tampa, entretanto o processo de secagem deve ser realizado em estufa em temperatura inferior 105 °C;
6. Armazenar em local protegido (livre de poeira).

Esta lavagem é empregada nos recipientes do tipo V *Vial* (COV e THM) (Apêndice A).

Limpeza para ensaios microbiológicos

- Limpeza dos recipientes

1. Lavar os frascos e tampas, interna e externamente com uma solução de detergente alcalino 0,1%, ou equivalente, com o auxílio de um gaspilhão;
2. Enxaguar os frascos cerca de dez vezes em água corrente e uma vez final com água reagente, enchendo e esvaziando totalmente os frascos;
3. Acondicionar as tampas e os frascos em posição vertical e com o bocal voltado para baixo para retirar o excesso de água.

Após a lavagem é necessária a adição de preservantes e a esterilização dos frascos para garantir que estejam livres de contaminação microbiológica. Deve ser testada a eficiência do processo de autoclavação com bioindicadores.

- Adição de preservantes

Os frascos para a coleta de amostras destinadas a análises microbiológicas de águas e efluentes clorados devem conter um agente neutralizador de cloro residual (tiossulfato de sódio) e um agente quelante (EDTA – etilenodiaminotetracetato de sódio), em quantidades adequadas para neutralizar o cloro e quelar os metais que possam estar presentes nessas amostras.

Para análise de efluentes clorados, adicionar tiossulfato de sódio em quantidades suficientes para obter-se uma concentração de 100 mg/L na amostra (por exemplo, 0,1 mL de uma solução 10% para 120 mL de amostra), o que irá neutralizar até 15 mg/L de cloro residual. Para coleta de água tratada, a concentração de tiossulfato de sódio pode ser reduzida: 0,1 mL de uma solução 3% para 120 mL de amostra irão neutralizar até 5 mg/L de cloro residual. É necessário conhecer previamente os teores de cloro residual de novos pontos de amostragem para que os frascos de coleta possam ser preparados com as quantidades adequadas de tiossulfato de sódio.

Um agente quelante deve ser adicionado caso a amostra possa conter metais (cobre, níquel, zinco, etc.) em concentrações superiores a 0,1 mg/L. Nessa situação provável, adicionar 0,3 mL de uma solução 15% de EDTA para cada 120 mL de amostra.

Essas soluções devem ser adicionadas aos frascos de coleta antes da esterilização.

Após a adição dos agentes quelantes e neutralizadores de cloro livre, o frasco é fechado e a tampa e o gargalo recobertos com papel alumínio, de modo que fiquem protegidos da contaminação pelo manuseio, durante todo o processo de coleta. É importante que a tampa esteja ligeiramente frouxa para evitar a ruptura do frasco, facilitar a circulação de vapor e eliminar o ar do seu interior no processo de esterilização. Após o processo de esterilização, rosquear completamente a tampa do frasco e fixar o papel alumínio com elástico (Fig. 3.2).

Para a coleta de lodo de esgoto e sedimento não há necessidade de adição de reagentes. Autoclavar os frascos e proteger a tampa e gargalo com um pedaço de papel alumínio.



Figura 3.2. Frasco de coleta destinado a ensaios microbiológicos em água e sedimento/lodo.
Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

Depois de autoclavado, manusear o frasco sem a remoção do papel alumínio para evitar a sua contaminação e armazenar em local protegido (livre de poeira).

- Esterilização dos recipientes

Para a esterilização dos recipientes devem ser observados os cuidados necessários em função do tipo de recipiente, como descrito a seguir:

1) Recipientes de vidro neutro

Esterilizar em estufa à temperatura de 170 a 180 °C, durante duas horas.

2) Recipientes de plástico autoclavável Autoclavar a 121 °C e 0,1 MPa (1 atm), durante 15 a 30 minutos.

Deve ser realizado teste de esterilidade dos frascos e teste de neutralização do cloro residual livre, após a esterilização.

- Preparo e esterilização da mecha para ensaios de patógenos (Técnica de Moore)

A mecha é confeccionada em tecido de crepe ou gaze esterilizada, que deve ser dobrado cinco vezes, mantendo as dimensões de 23 cm de largura x 46 cm de comprimento em cada dobra (Fig. 3.3). A partir da base inferior de 23 cm, cortam-se 5 tiras de 4,5 cm de largura e 36 cm de comprimento, deixando-se 10 cm livres na parte superior sem cortar, onde será fixado o fio de náilon para servir de suporte para a mecha (Fig. 3.4). A metragem do fio de náilon utilizada deverá ser determinada de acordo com a profundidade do ponto de coleta a ser amostrado, garantindo que a mesma fique totalmente imersa. Para as coletas em rios, represas ou córregos, as mechas deverão possuir em seu interior um peso fixado, para facilitar a imersão da mesma. Embrulhar em papel *kraft* e autoclavar a 121 °C durante 15 minutos.

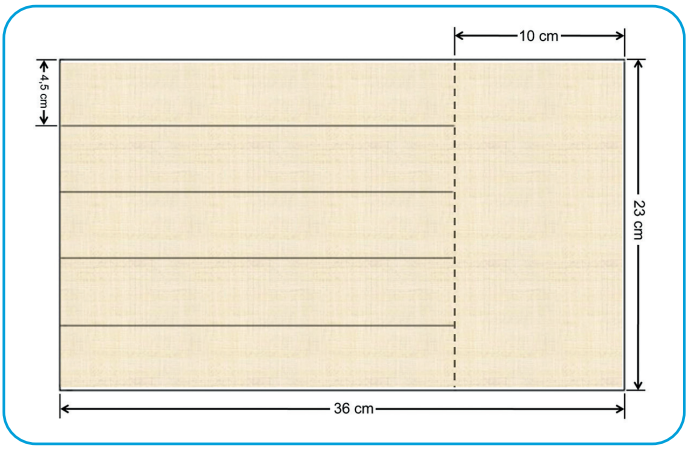


Figura 3.3. Dimensões do tecido de gaze para a confecção da mecha para coleta de amostras para análise de patógenos.

Fonte: Banco de imagens CETESB.

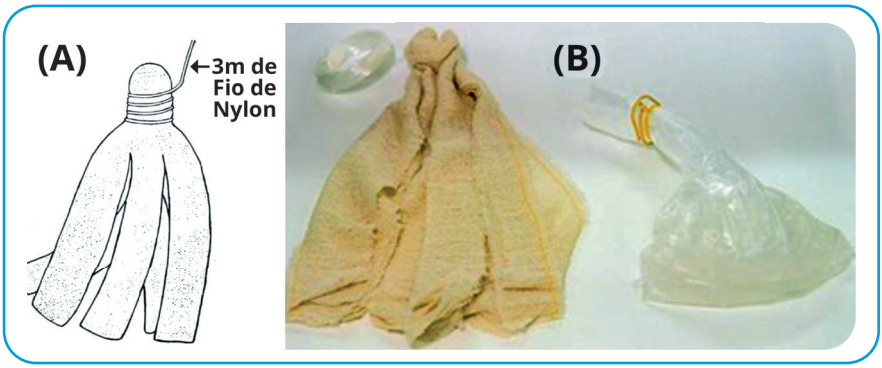


Figura 3.4. Mecha empregada na técnica de Moore: (A) Esquema; (B) Foto da mecha de gaze e meio de transporte (Cary Blair).

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

- Preparo do meio de transporte Cary e Blair (Técnica de Moore)

O preparo do meio de transporte Cary e Blair consta no Apêndice 03 (Preparo de soluções).

Limpeza para Ensaios de Mutagenicidade (Teste *Salmonella*/ microssoma ou teste de Ames)

1. Lavar os frascos de borossilicato e tampas, interna e externamente, com uma solução de detergente tipo Extran® alcalino 0,1%, com auxílio de um gaspilhão;
2. Enxaguar de oito a dez vezes com água corrente, até que visualmente não se perceba o resíduo do detergente;
3. Lavar com uma solução de ácido sulfúrico/ácido nítrico 10% (6+1);
4. Enxaguar de oito a dez vezes em água corrente e 1 vez em água reagente;
5. Acondicionar as tampas e os frascos com a boca voltada para baixo para retirar o excesso de água;
6. Secar em estufa à temperatura acima de 50 ºC;
7. Não é necessária a posterior esterilização dos recipientes;
8. rmazenar em local protegido (livre de poeira).

Limpeza para Ensaios de Toxicidade aguda com *Vibrio fischeri* (Microtox®)

1. Lavar os frascos e as tampas de polietileno cerca de dez vezes com água reagente;
2. Deixar secar em temperatura ambiente, colocando-os com o bocal voltado para baixo sobre um papel absorvente ou em estufa a aproximadamente 50 °C, colocando-os em um recipiente de plástico ou de alumínio forrado com papel absorvente, até que estejam visualmente secos;
3. Tampar os frascos e identificá-los com número de lote;
4. Armazenar em local protegido (livre de poeira);
5. Para cada lote preparado, realizar um teste com *Vibrio fischeri* em 4 frascos e, caso algum dos mesmos apresente toxicidade, repetir a lavagem.

3.3.2 Transporte e Armazenamento

O transporte e o armazenamento das amostras coletadas devem ser realizados sob refrigeração, até o momento de ensaio, observando as recomendações e exceções especificadas no Apêndice A.

3.4 Segurança nos Trabalhos de Campo

Os trabalhos de campo são realizados em condições e locais muito variados, podendo resultar em acidentes. Para que os riscos de acidentes possam ser reduzidos, deve-se alertar e treinar os técnicos envolvidos, providenciando os equipamentos de proteção individuais (aventais, botas, luvas, óculos de segurança, capa de chuva, protetor solar, etc.) e coletivos adequados ao trabalho a ser realizado, ter disponível uma caixa de primeiros socorros e recomenda-se que o pessoal tenha acompanhamento médico periódico e que estejam vacinados.

A seguir, são feitas considerações e recomendações para algumas das atividades que oferecem maiores riscos de acidentes para os trabalhos em campo.

3.4.1 Deslocamento

O próprio deslocamento do técnico e dos equipamentos ao local de amostragem oferece riscos. Não só os inerentes ao deslocamento, como os decorrentes do transporte concomitante do material de coleta, principalmente quando houver embarcação, equipamentos especiais, frascos de vidro e reagentes para a preservação de amostras. Esses materiais não devem ser transportados junto aos passageiros. Recomenda-se armazenar adequadamente os materiais, de preferência, no porta-malas ou na caçamba do veículo. A capacidade máxima de peso e volume do veículo deve ser observada. É obrigatória a utilização de cinto de segurança, mesmo em pequenos trajetos, conforme exige a legislação vigente.

Os frascos que acondicionam os reagentes utilizados na preservação de amostras devem ser preferencialmente de plástico e com batoques de vedação para impedir vazamentos. No caso de serem de vidro, os frascos devem ser calçados e protegidos adequadamente para que não se quebrem durante o transporte.

3.4.2 Acesso aos Pontos de Coleta

Locais de difícil acesso e próximos a pontes, estradas movimentadas e locais de tráfego intenso, etc., podem aumentar a probabilidade de acidentes, muitas vezes evitáveis. Uma ponte, por exemplo, pode constituir-se em caminho mais fácil para se atingir o meio de um rio e retirar a amostra. Na sua maioria, porém, esses locais são muito movimentados, há estreitamento de pista e pequena faixa de segurança para pedestres, o que dificulta a parada do veículo e oferece riscos aos técnicos que executam os trabalhos. Por isso, a coleta em pontes deve ser precedida da colocação de dispositivo de sinalização adequado que proporcione proteção contra veículos em trânsito.

Regiões com muita vegetação, nas quais o acesso aos pontos de coleta é realizado por meio de trilhas, oferecem maior risco de picadas de insetos e mordeduras de cobras ou outros animais. Portanto, nesses locais a atenção deve ser redobrada e deve-se usar vestimenta adequada, como calças compridas, botas, perneira, chapéu, etc.

3.4.3 Embarcações

A utilização de embarcações para coleta de amostras em rios, represas, reservatórios, áreas estuarinas e no mar é muito frequente. Por isso, a verificação das condições gerais da embarcação, da carreta e dos seus acessórios é importante para se evitar atrasos e acidentes durante o trajeto e o percurso embarcado até o local de amostragem. Devem ser verificadas as condições de funcionamento do conjunto de equipamentos. São itens obrigatórios: motor, tanque e mangueira de combustível, bateria, tampões de casco, remos, colete salva-vidas em número suficiente para toda a tripulação, âncora, extintor de incêndio, cordas, luzes de sinalização noturna da embarcação e da carreta e estepe para a carreta. Recomenda-se ainda outros acessórios, como bússola, ecobatímetro, *GPS*, telefone celular, sistema de radiocomunicação, sinalizadores de fumaça colorida, além de peças de manutenção básica do motor (velas, caixa de ferramentas, óleo para o motor, etc.).

Toda documentação da embarcação e da carreta, bem como a habilitação náutica dos operadores das embarcações, precisa estar em ordem. Deve-se levar em consideração a compatibilidade da localização dos pontos com a categoria da habilitação náutica do condutor.

Quando o trabalho exigir a operação da embarcação longe da costa ou em outras áreas afastadas, é necessário estabelecer um ponto de apoio em terra (marinas, barragens, clubes, Capitania dos Portos, Polícia Militar/Ambiental, etc.), informando o plano de trabalho e a rota de navegação, um número de celular ou a frequência do rádio para contato. Recomenda-se, ainda, obter informações prévias sobre as condições meteorológicas da região e ter em mãos mapas ou cartas

náuticas e tábua de marés. No caso de amostragem de longa duração, é importante ter a bordo água potável e alimentação leve.

Recomenda-se que a equipe de trabalho tenha treinamento em natação básica e sobrevivência para náufragos.

3.4.4 Manipulação de Reagentes e Soluções

A preservação de amostras com a utilização de reagentes químicos pode provocar inúmeros acidentes. Para reduzir esse risco deve-se manipular adequadamente os reagentes (nunca pipetar os reagentes com a boca!) de forma a evitar, então, queimaduras nas mãos, corpo e nos pés, ataque ao esmalte dos dentes e a ingestão acidental de reagentes.

A quebra de frascos e pipetas de vidro poderá ser evitada com a utilização de frascos plásticos, tipo conta-gotas ou pissetas dosadoras, os quais permitem adicionar diretamente na amostra a quantidade necessária de reagente, sem o emprego de pipetas.

3.4.5 Amostragem de Efluentes (Industriais, Domésticos e Mistos)

Quando os pontos de amostragem estão localizados dentro das indústrias, os técnicos envolvidos estão expostos a todos os riscos de acidentes inerentes àquela área. Portanto, devem receber treinamento adequado para a sua permanência, bem como estar munidos de equipamentos de segurança exigidos pela indústria.

Como os efluentes líquidos podem apresentar diversos compostos químicos e/ou constituintes infectocontagiosos, os técnicos devem estar preparados para manuseá-los de forma segura, prevenindo-se contra todos os tipos de acidentes, quer do ponto de vista tóxico ou explosivo, quer do ponto de vista de contaminação e riscos biológicos. Como exemplo, efluentes contendo cianeto e arsênio podem apresentar toxicidade elevadas; solventes, em geral, apresentam risco de explosão; vários compostos químicos podem ser carcinogênicos ou apresentar risco de queimadura; esgotos e resíduos domésticos podem conter microrganismos patogênicos.

Portanto, os técnicos precisam ser treinados para as situações de emergência que podem ocorrer nos locais das amostragens, como as indústrias, as estações de tratamento de esgotos, os aterros sanitários e industriais e as plantas de incineração de resíduos sólidos.

3.4.6 Amostragem em Atendimento à Emergências Químicas

A amostragem em ambientes envolvendo o derramamento de produtos químicos ou com indícios de contaminação expõe a equipe técnica a determinados riscos, devendo utilizar equipamentos de proteção individual (EPI) adequados, aliados a boas práticas de trabalho observadas no atendimento às emergências químicas (BONN AGREEMENT, 2021). A coleta de amostras nos instantes iniciais de uma ocorrência pode levar o técnico de coleta aos mesmos riscos aos quais os demais respondedores estão expostos. Pode ser necessária a entrada em uma área onde exista o vazamento/derrame de alguma substância e essa ainda esteja exposta ao meio ambiente ou possivelmente ter que se deslocar por áreas de risco, para assim chegar aos pontos de interesse de avaliação, seja em terra ou em água. Portanto, uma avaliação criteriosa é necessária quanto à necessidade do uso de proteção cutânea e respiratória.

Ambientes com presença física de produto, seja ele sólido, líquido ou gasoso, que emitiu ou possa estar emitindo gases ou vapores orgânicos ou inorgânicos, inflamáveis ou tóxicos, reativos ou oxidantes, exige que o técnico opte por EPIs que o protejam para realização da tarefa. Para casos com presença de substâncias tóxicas, a proteção respiratória se dá por meio do uso de máscara panorâmica com filtro de carvão específico para os produtos envolvidos. Em casos extremos, quando não se pode garantir níveis seguros de oxigênio no ar ou na ocorrência de altas concentrações de contaminantes, deve-se utilizar equipamento autônomo de respiração. Em episódios que envolvam vapores tóxicos ou agressivos à pele, deve-se utilizar uma roupa de proteção química em conjunto com a proteção respiratória (Fig. 3.5).

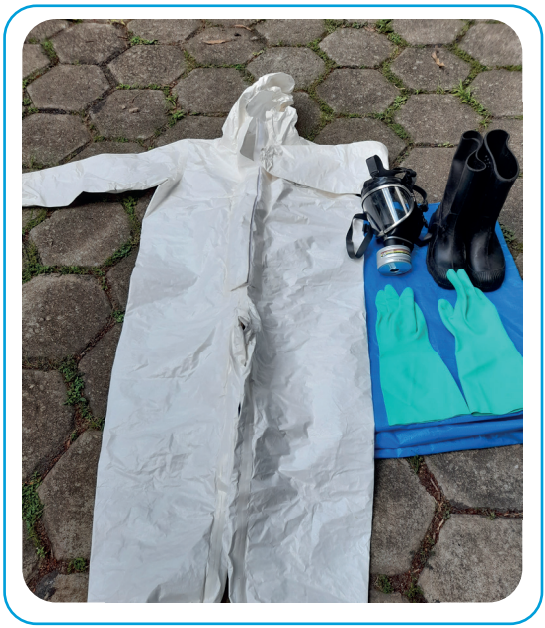


Figura 3.5. Equipamentos de proteção individual para realização de coleta de amostras em emergências químicas.

Foto: Setor de Emergências/Banco de imagens CETESB.

Para coleta de amostras líquidas ou sólidas, deve-se utilizar luvas apropriadas que garantam a proteção química no caso de algum contato direto com o produto. A proteção do rosto contra respingos se faz pela própria utilização da máscara panorâmica.

Já para situações em que a característica principal do produto for a inflamabilidade, com possível risco de incêndio ou explosão, é recomendado o uso de roupas de proteção térmica para realização dos trabalhos e permanência no local.

O uso de botas de proteção química completa o conjunto de EPIs utilizados no atendimento a emergências químicas e também para a atividade de coleta de amostras.

As boas práticas de trabalho recomendam o mínimo de contato/exposição com o produto químico, mesmo que portando botas, luvas e roupa de proteção. O contato desnecessário deve ser evitado, lem-

brando que todos os EPIs e materiais de coleta que porventura tenham contato com o produto químico, devem passar por um processo de descontaminação química ou mesmo seguir para descarte apropriado.

Com o desencadeamento das ações de combate, como a interrupção do vazamento, contenção do produto, utilização de materiais absorventes e respectiva remoção dos produtos e resíduos, é esperada uma redução contínua da contaminação no ambiente. Sendo assim, todos os trabalhos de rescaldo, inclusive os de coleta de amostras, podem ser realizados em ambiente menos hostil ao trabalhador. Assim, os equipamentos de proteção individual podem ser ajustados para níveis de proteção menos intensos, retornando àqueles praticados rotineiramente, como o porte de luvas, óculos de proteção e avental contra respingos.

Em termos gerais, em todas as campanhas de coleta devem ser tomados os seguintes cuidados:

- Verificar a limpeza dos frascos e dos demais materiais e equipamentos utilizados para coleta (baldes, garrafas, pegadores, etc.);
- Verificar se os frascos e reagentes para preservação estão adequados e dentro do prazo de validade para uso. Em caso de dúvida, substituí-los;
- Certificar-se que a parte interna dos frascos, assim como as tampas e batoques, não sejam tocadas com a mão ou fiquem expostas ao pó, fumaça e outras possíveis fontes de contaminação (como gasolina, óleo e fumaça de exaustão de veículos, cinzas e fumaça de cigarro). É importante que durante a coleta os técnicos não fumem e utilizem luvas de procedimento para evitar a contaminação;
- Repelentes para insetos e filtros solares podem ser utilizados, desde que sejam usadas luvas durante o manuseio das amostras, a fim de evitar a contaminação das mesmas;
- Fazer a ambientação dos equipamentos de coleta com água do próprio local, se necessário;
- Garantir que as amostras líquidas não contenham partículas grandes (detritos, folhas, etc.) ou outro tipo de material acidental durante a coleta;
- Não realizar os ensaios de campo em amostras destinadas a ensaios laboratoriais, evitando-se assim o risco de contaminação;
- Armazenar as amostras ao abrigo da luz imediatamente após a coleta e/ou preservação;
- Acondicionar em caixas térmicas com gelo as amostras que exigem refrigeração para sua preservação;

continua

- Toda vez que o procedimento de coleta for realizado com apoio de embarcação, recomenda-se que esta seja mantida na mesma posição até o final do procedimento para evitar perturbações;
- Manter registro de todas as informações de campo em formulário apropriado (ficha de coleta, por exemplo), contendo os seguintes dados:
  a) Nome do programa de amostragem e do responsável, com telefone para contato;
  b) Nome dos técnicos responsáveis pela coleta;
  c) Identificação unívoca da amostra;
  d) Identificação do ponto de coleta: código do ponto, descrição, endereço, georreferenciamento, etc.;
  e) Data e hora da coleta;
  f) Matriz da amostra (água tratada, água subterrânea, água bruta doce, água bruta salobra, água bruta salina, efluente industrial, efluente doméstico, sedimento, etc.);
  g) Tipo de coleta (simples, composta ou integrada);
  h) Resultados dos ensaios/dados de campo e a identificação unívoca dos equipamentos utilizados para medição de temperatura do ar e da água, pH, condutividade, oxigênio dissolvido, transparência, coloração visual, vazão, leitura de régua, etc., quando aplicável;
  i) Eventuais observações de campo;
  j) Condições meteorológicas nas últimas 24 horas que possam interferir com a qualidade da água (chuvas, ressacas, etc.);
  k) Indicação dos ensaios a serem realizados e os laboratórios envolvidos;
  l) Tipo e identificação unívoca do equipamento de coleta para rastrear informações importantes, como: nome, tamanho, malha, capacidade, volume filtrado, etc.



CAPÍTULO 4

CONTROLE DE QUALIDADE NA AMOSTRAGEM

4. CONTROLE DE QUALIDADE NA AMOSTRAGEM

Como descrito nos capítulos iniciais deste Guia, o objetivo da amostragem está sempre relacionado à obtenção de amostras, que devem ser manuseadas e analisadas de forma a não comprometer a qualidade dos resultados, no sentido de representar o ambiente e atender aos objetivos pré-determinados.

Uma vez retiradas do ambiente, as amostras passam por diversas etapas até serem analisadas e, nesse processo, existem diversas fontes de variabilidade que podem afetar os resultados. O detalhamento dessas etapas indica que a maior parte das possíveis fontes está relacionada aos procedimentos de campo (Figura 4.1).

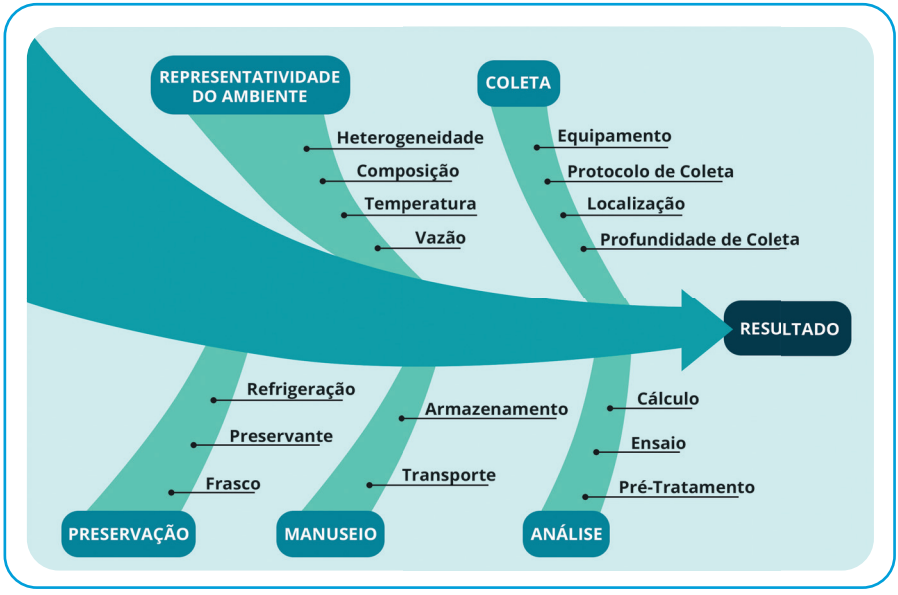


Figura 4.1. Diagrama Espinha de Peixe representando as diversas fontes de variabilidade na amostragem e nos ensaios.

Fonte: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

A amostragem pode ser considerada, então, um dos fatores mais críticos desse processo. Um dos marcos no reconhecimento da importância dessa etapa em análises ambientais de rotina foi a publicação

da norma ISO 5667-1 em 1980 (ISO, 1980) contendo diretrizes gerais para desenho de programas de amostragem e técnicas de coleta. À época, porém, os esforços para garantia da validade dos resultados ainda se concentravam na descrição e na validação dos procedimentos e métodos analíticos propriamente ditos, que em apenas alguns casos continham recomendações e/ou requisitos para uma coleta adequada (STRUB et. al, 2009).

Com a evolução das técnicas analíticas, em conjunto com o avanço das diversas políticas de qualidade laboratorial, a dependência entre a qualidade dos resultados e as etapas de amostragem ficou cada vez mais evidente e surgiram, a partir do começo dos anos 1990, programas de monitoramento ambiental que previam a padronização de protocolos de coletas de amostras destinadas a controles de qualidade (CQ) de campo (MULLER *et al.*, 2015).

Seguindo essa tendência, a Cgcre (Coordenação Geral de Acreditação), organismo de acreditação ligado ao INMETRO e reconhecido pelo Governo Brasileiro para acreditar laboratórios e outros organismos de avaliação da conformidade, publicou no final de 2009 a primeira versão da NIT DICLA-057 (INMETRO, 2009), que é o documento que define os critérios para acreditação da amostragem para ensaios de águas e matrizes ambientais. Entre esses critérios, consta a necessidade de implementação de uma série de amostras destinadas ao controle de qualidade.

Segundo Muller *et al.* (2015), a amostragem para fins de controle de qualidade tem dois objetivos distintos que devem ser considerados no planejamento das atividades. O objetivo principal é fornecer estimativas gerais referentes aos erros e variabilidades provenientes de todos os procedimentos incluídos nas etapas de coleta, processamento e análise das amostras. O segundo objetivo dos dados de controle de qualidade de campo é localizar a fonte desses erros e variabilidades para que possam ser propostas modificações dos procedimentos, ou parte deles, com o intuito de eliminar ou reduzir o impacto dessas variáveis nos resultados.

A definição de um escopo e a implementação de um programa de controle de qualidade da amostragem, atendendo a qualquer um desses dois objetivos principais, requer conhecimento das informações fornecidas por cada tipo específico de amostra de controle de qualidade, as fontes potenciais de erro e variabilidade do processo geral de amostragem e análise, técnicas para usar informações de CQ na interpretação dos dados e dos limites espaciais e/ou temporais do uso das informações de CQ.

Os controles de qualidade do processo de amostragem devem ser estabelecidos antecipadamente à atividade de coleta e ter seus critérios de aceitação e de tomada de decisão definidos. O seu planejamento deve considerar a criticidade do projeto, o uso pretendido para os resultados das análises, os analitos de interesse e os níveis de contaminação esperados, as matrizes e quantidade de amostras, as diferentes estratégias de coleta e preservação utilizadas e os custos envolvidos.

Os itens a seguir descrevem as principais informações a respeito dos brancos e duplicatas, que são os dois tipos de amostras de controle de qualidade mais adotados na etapa de amostragem para estimativas de magnitudes de contaminação e variabilidade, respectivamente. As fontes específicas de erro e variabilidade que podem ser avaliadas usando esses controles dependem da forma como as amostras são coletadas.

Detalhes como volume de amostra, tipo de frasco e forma de preservação estão relacionados com a matriz da amostra e com os ensaios envolvidos. Sugere-se consultar as instruções gerais de coleta nos Capítulos 6 e 7 e outras orientações no Apêndice A.

4.1 Brancos

Os brancos são amostras utilizadas para estimar **erros** originados por **contaminação** e devem ser preparados com água reagente, isto é, água isenta dos analitos de interesse. A qualidade da água utilizada pode variar, portanto, conforme os ensaios a serem realizados

para investigar as possíveis contaminações. Nesse tipo de controle, a presença de resultados quantificáveis para um determinado analito pode indicar a ocorrência de contaminação similar em outras amostras.

Esse tipo de amostra controle é utilizada para estimar a contaminação relativa ao processo de coleta e análise como um todo, ou apenas a determinadas etapas, dependendo de como as amostras são coletadas. Consequentemente, existem diversos tipos de brancos e, embora se observem divergências em relação às definições e sugestões de procedimentos na literatura, é importante que cada laboratório de coleta tenha conhecimento de todas as fontes potenciais de contaminação consideradas nos seus protocolos de coleta de brancos.

Neste Guia serão abordados os principais tipos de brancos associados à etapa de coleta. Para informações a respeito de brancos utilizados em procedimentos de análise, recomenda-se a consulta à NIT DICLA-057 (INMETRO, 2009) e outros documentos específicos como *Blanks in Method Validation – Supplement to Eurachem Guide The Fitness for Purpose of Analytical Methods* de Cantwell (2019).

4.1.1 Branco de Campo

O branco de campo é usado para estimar a magnitude de possíveis contaminações ambientais que podem ser adicionadas às amostras durante os procedimentos de coleta e, por consequência, pode ser utilizado para avaliação dos protocolos de campo. Desse modo, devem ser preparados de maneira que a amostra de água reagente utilizada seja exposta a todas as potenciais fontes de contaminação que possam afetar as amostras durante todas as operações de coleta.

Os frascos devem ser preenchidos em campo com água reagente utilizando o **mesmo protocolo de coleta** das demais amostras e devem ser expostos ao ambiente amostral pelo mesmo tempo que as amostras de rotina, como o exemplo a seguir para coletas de água bruta de superfície.

Procedimento de coleta de branco de campo – coleta de água bruta de superfície

- No mesmo local da realização das coletas de rotina, preencher o balde de aço inox que será utilizado para estas coletas com água reagente (simulando o volume de água ambiental usualmente coletado no equipamento);
- Preencher o(s) frasco(s) destinado(s) aos ensaios de branco de campo, preservá-los conforme Apêndice A e mantê-los abertos;
- Coletar as amostras de rotina conforme procedimento específico descrito no Capítulo 6;
- Fechar os frascos destinados aos ensaios de branco no momento em que ocorrer o fechamento dos demais frascos de rotina;
- Acondicionar a(s) amostra(s) de branco de campo na mesma caixa térmica das demais amostras para transporte.

Atenção!

Na etapa de planejamento dos trabalhos de campo deve-se calcular o volume de água reagente a ser utilizado nas amostras de branco e também em outros possíveis procedimentos, como lavagem de sensores e/ou sondas.

Em resumo, seguindo-se esse procedimento de coleta do(s) branco(s) de campo, a amostra representada pela água reagente está exposta às seguintes fontes potenciais de contaminação: ambiente, equipe responsável pela coleta e manuseio das amostras, equipamentos de coleta, preservantes, frascos, caixa térmica e veículo utilizado no transporte.

Caso o objetivo seja isolar o ambiente de coleta das outras fontes potenciais de contaminação, sugere-se que o(s) frasco(s) destinado(s) aos ensaios de branco de campo seja(m) preparado(s) em ambiente limpo e controlado, como o laboratório de coleta, e a amostra de água reagente seja coletada diretamente da sua fonte, sem passar por equipamento de coleta. Na sequência, as amostras são preservadas e refrigeradas, quando aplicável, para serem transportadas para campo.

Em campo, os frascos devem ser retirados da caixa térmica e deixados destampados junto com os demais frascos de rotina durante toda a operação de coleta. Devem ser tampados e transportados da mesma maneira que os frascos das amostras de rotina.

Nota-se que, embora as possíveis contaminações provenientes do ambiente sejam o maior interesse, outras fontes potenciais de contaminação são inerentes ao processo (reagentes, frascos, caixa térmica e veículo utilizado no transporte).

4.1.2 Branco de Equipamentos

O branco de equipamento é essencialmente usado para demonstrar a eficiência dos protocolos de limpeza do(s) equipamento(s) utilizado(s) nos procedimentos de coleta, de forma a evidenciar que não são fonte de contaminação para as amostras.

Deve ser preparado em um ambiente controlado (como o laboratório de coleta), utilizando equipamentos limpos (com base em protocolos de rotina definidos pelo laboratório) e disponíveis para uso.

O equipamento de coleta é preenchido com volume de água reagente similar ao volume típico de amostra coletada em campo e esse volume é, então, distribuído nos frascos de acordo com os ensaios de interesse, preservados e encaminhados para análise.

Em resumo, seguindo-se esse procedimento de coleta do branco de equipamento, a amostra representada pela água reagente está exposta às seguintes fontes potenciais de contaminação: equipamentos de coleta, preservantes e frascos.

Nos casos em que seja realizada algum tipo de limpeza em campo para utilização de equipamentos em mais de um ponto de coleta, pode-se modificar a estratégia do branco de equipamento para atender a essa situação. Por exemplo, após a lavagem do equipamento no local de coleta, a última porção de água reagente utilizada para enxágue do equipamento pode ser coletada e analisada como branco. Nessa situa-

ção, deve-se atentar para o fato de que o ambiente passa a ser também uma potencial fonte de contaminação.

4.1.3 Branco de Viagem

O branco de viagem é usado para demonstrar que as etapas de transporte não são fontes de contaminação para as amostras. Normalmente são coletados apenas para ensaios de compostos orgânicos voláteis (COVs) e envolvem o preenchimento dos frascos apropriados, com água reagente, em laboratório. Os mesmos devem ser transportados juntamente com os frascos vazios destinados às coletas de rotina, mantidos sem manipulação na caixa de transporte durante as operações de coleta e enviados para o laboratório de análise nas mesmas condições dos demais frascos.

As principais fontes potenciais de contaminação a serem avaliadas são: frascos e ambiente de transporte (caixa térmica e veículo).

4.1.4 Branco de Frascaria

Conforme mencionado nos itens anteriores, os frascos utilizados para coleta e acondicionamento das amostras também representam fontes potenciais de contaminação e a utilização de brancos de frascaria é uma forma de detectar possíveis contaminações dessa origem.

Os frascos destinados aos ensaios de interesse são preenchidos com água reagente, preservados conforme recomendações (ver Apêndice A) e encaminhados para análise. Sempre que possível, o preenchimento do frasco deve ser realizado no próprio laboratório para evitar possibilidades de contaminação nas etapas de transporte.

O branco de frascaria é tipicamente utilizado para ensaios que apresentam baixos limites de quantificação ou que apresentam elevada sensibilidade a possíveis materiais e/ou substâncias presentes nos frascos de coleta, mesmo que novos, como análise de metais, agrotóxicos e ensaios microbiológicos.

Na prática, alguns exemplares são selecionados para esse tipo de avaliação após a lavagem de uma determinada quantidade de frascos de acordo com um procedimento específico (lote de frascos).

O branco de frascaria pode, portanto, ser utilizado como uma forma de determinar se os procedimentos de lavagem de frascaria são adequados para um ensaio, ou grupo de ensaios, específico ou até mesmo para verificar a possível contaminação de frascos novos utilizados sem lavagem prévia.

4.1.5 Branco de Seringa e Filtro

A filtração de amostras em campo é um procedimento de rotina para análise de frações dissolvidas de alguns analitos. O sistema de filtração (seringa e filtro) deve ser avaliado para que se possa estimar a magnitude de possíveis contaminações originadas desses materiais e que possam ser adicionadas às amostras durante os procedimentos de filtração.

No laboratório de coleta, o sistema deve ser pré-condicionado conforme procedimento de rotina (ver Capítulo 6). Em seguida, deve-se filtrar o volume necessário de água reagente para o ensaio de interesse diretamente no frasco apropriado. A amostra deve ser então preservada (ver Apêndice A) e encaminhada para o laboratório de ensaio.

De uma maneira geral, recomenda-se a avaliação de pelo menos 4% do lote de filtros e seringas.

A figura abaixo (Fig. 4.2) representa uma comparação em cascata das potenciais fontes de contaminação entre os diferentes tipos de branco.

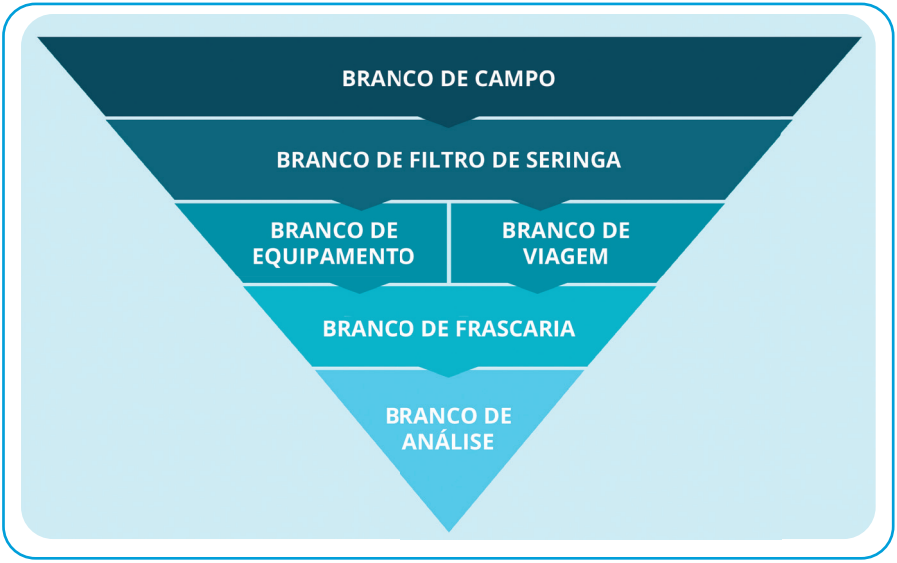


Figura 4.2. Comparação em cascata das potenciais fontes de contaminação englobadas pelos diferentes tipos de branco.

Fonte: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

4.1.6 Branco de Água Reagente

Apesar da água reagente ser, por definição, isenta dos analitos de interesse é importante a avaliação da possível contaminação da mesma por esses analitos, principalmente quando a água é transportada para uso nos locais de coleta, como no caso dos brancos de campo.

Nesses casos, sugere-se o preparo de uma amostra de água reagente em campo (no local mais limpo possível) a partir do preenchimento do frasco apropriado para o ensaio de interesse diretamente da fonte de água (galão, por exemplo). Em seguida a amostra deve ser preservada, se necessário, e acondicionada em caixa térmica para transporte.

Adicionalmente, pode-se preparar um branco de água reagente em laboratório para eliminar as possíveis fontes de contaminação do ambiente de coleta e transporte. É recomendável, ainda, que a água reagente utilizada para todos os tipos de branco em uma mesma campanha seja de um mesmo lote.

4.2 Controle de Temperatura de Transporte

Historicamente conhecido como "branco de temperatura", não é considerado um branco propriamente dito pois não é utilizado para mensurar possíveis contaminações.

Uma vez que a maior parte das amostras deve ser transportada sob refrigeração, o controle de temperatura é uma maneira de avaliar se o sistema adotado foi eficiente para reduzir a temperatura das amostras. Podem ser utilizadas caixas térmicas com termômetro digital acoplado ou *dataloggers* devidamente calibrados, porém o controle de temperatura amplamente utilizado consiste em um frasco preenchido com água, ou glicerina, e transportado junto com as amostras de rotina. A temperatura dessa "amostra" é medida no momento da recepção das amostras no laboratório (Fig. 4.3).



Figura 4.3. Verificação do controle de temperatura de transporte na etapa de recebimento de amostras.

Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

4.3 Duplicatas de Campo

A coleta de duplicatas de campo é utilizada para avaliar a precisão e repetibilidade de todo o processo de amostragem, pois também inclui a variabilidade dos procedimentos laboratoriais, por meio da comparação de resultados de duas amostras consideradas equivalentes.

A definição da estratégia de coleta altera as fontes de variabilidade associadas ao processo (Fig. 4.4). Abaixo temos as duas principais abordagens:

1. Variabilidade proveniente da subamostragem + ensaio: tomada(s) de amostra (A), conforme procedimento de rotina, com distribuição do volume nos diversos frascos destinados às análises laboratoriais de rotina (A1) e **também** nos frascos destinados às duplicatas de campo (A2), ao mesmo tempo. A comparação entre os resultados obtidos por meio desse procedimento (A1 e A2) estima a variabilidade total proveniente das etapas de distribuição do volume de amostra nos diferentes frascos, da preservação, do transporte e das demais etapas realizadas no laboratório de ensaio.
2. Variabilidade proveniente da amostragem + ensaio: tomada(s) de amostra, conforme procedimento de rotina, com distribuição do volume nos diversos frascos destinados às análises laboratoriais de rotina (B1) e **depois** tomada(s) de amostra, no menor intervalo de tempo possível, com distribuição do volume nos frascos destinados às duplicatas de campo (B2). A comparação entre os resultados obtidos por meio desse procedimento (B1 e B2) reflete a variabilidade de todo o processo de coleta e ensaio, incluindo a variabilidade ambiental.

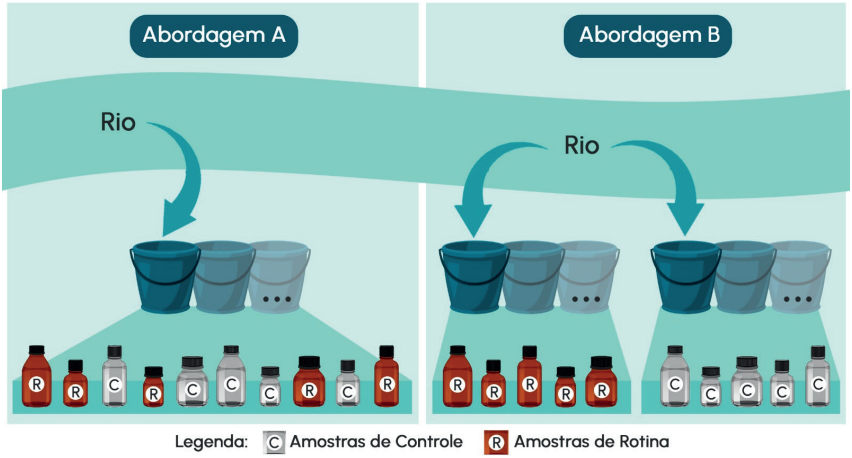


Figura 4.4. Ilustração das diferentes estratégias de amostragem de duplicata: Abordagem 1 – Os frascos referentes às amostras de rotina e para controle de qualidade são preenchidos a partir das mesmas tomadas de amostra; Abordagem 2 – Os frascos referentes às amostras de rotina e para controle de qualidade são preenchidos por tomadas de amostra independentes.

Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

O resultado das duplicatas pode ser avaliado por meio da comparação entre os resultados obtidos (A1/A2 ou B1/B2, por exemplo) utilizando-se o cálculo de diferença porcentual relativa (DPR) de acordo com a fórmula a seguir.

$$DPR = \left| \frac{(A1 - A2)}{\frac{(A1 + A2)}{2}} \right| \text{X } 100$$

Onde se lê A1 e A2 na fórmula acima, pode-se entender B1 e B2 conforme descrito nas abordagens 1 e 2.

Fique atento!

Para alguns ensaios, como os microbiológicos, os resultados de cada amostra devem ser transformados em seus respectivos logaritmos (base 10) antes de serem utilizados na fórmula.

4.4 Planejamento e Avaliação das Amostras de Controle de Qualidade

O planejamento relativo à coleta de amostras de CQ envolve definições como analitos e/ou características de interesse, frequência de coleta e critérios de aceitação. Idealmente, as amostras de CQ seriam analisadas em todas as amostras e para todos os ensaios de interesse, mas do ponto de vista prático são avaliadas de acordo com objetivos de cada projeto e tendo como base, por exemplo, a relevância do ensaio para tomadas de decisão, sensibilidade do ensaio ao manuseio das amostras, limites de quantificação dos métodos, ordem de grandeza dos resultados esperados nas amostras de rotina, tipos de ambientes onde as coletas são realizadas e em resultados históricos de amostras de controle de qualidade.

Para o **branco de campo**, em que o principal alvo é uma avaliação quanto à **possibilidade de contaminações** provenientes do ambiente através do ar, chuvas, poeira e fumaça, por exemplo, e para o **branco de equipamento** pode-se selecionar ensaios ou grupos de ensaios com baixos limites de quantificação que representem diferentes tipos de contaminantes e ensaios de interesse (orgânicos, inorgânicos e microbiológicos), que funcionarão como rastreadores de diferentes tipos de contaminação. Os ensaios de metais, por exemplo, são amplamente empregados nessa função.

No que se refere às **duplicatas de campo**, como estão relacionadas à **precisão e repetibilidade dos procedimentos de coleta** e, dependendo da estratégia de coleta utilizada, sofrem influência da heterogeneidade do próprio ambiente a ser amostrado, recomenda-se selecionar ensaios ou grupos de ensaios que representem diferentes formas de presença dos analitos e/ou características de interesse no ambiente, como dissolvidas ou em suspensão, e também as diferentes naturezas desses analitos, como física, química, microbiológica ou hidrobiológica.

De uma maneira geral, variáveis ambientais associadas a sólidos não dissolvidos apresentam menor homogeneidade e, por consequência, maior sensibilidade à execução dos procedimentos de coleta. Deste modo, a inclusão de duplicatas de campo para ensaios de sólidos totais, sólidos em suspensão e/ou turbidez pode ser considerada para avaliar a homogeneização na etapa de distribuição de amostras nos diversos frascos e também para auxiliar na interpretação dos resultados de duplicatas de outros ensaios.

Quanto à frequência de execução dos brancos e duplicatas, com exceção do controle de temperatura de transporte para o qual há um consenso de que deve ser empregado em todo transporte de amostras que exigem refrigeração, recomenda-se que as amostras de controle de qualidade representem entre 5 e 10% do total de amostras.

Esse esforço amostral e analítico adicional deve ser empregado de forma crítica, considerando os objetivos de cada tipo de controle, para que sejam relevantes no processo de garantia da qualidade dos resultados. No caso dos brancos realizados em campo, deve-se focar a coleta das amostras em ambientes e/ou situações em que os riscos de contaminação das amostras são maiores, como coletas em tempo chuvoso ou ambientes com presença elevada de poeira.

Para as duplicatas de campo, sugere-se que as coletas sejam distribuídas proporcionalmente à variedade de situações de amostragem da rotina do laboratório de coleta, como diversidade de ambientes (lóticos, lênticos, costeiros, estuarinos, etc.), estratégias de coleta (simples, composta, de superfície, em profundidade, etc.), matrizes (água bruta, água residual, sedimento, etc.), ordem de grandeza dos analitos de interesse, etc.

Para prevenir qualquer interferência nos resultados das amostras, **os resultados dos ensaios de branco devem estar abaixo dos limites de quantificação dos métodos.** Em termos de tomada de decisão, se os analitos de interesse forem quantificados nos brancos, as concentrações desses analitos nas amostras ambientais

correspondentes necessitam ser avaliadas para decidir se devem ser consideradas válidas.

Os resultados dos cálculos de DPR para a avaliação das duplicatas de campo dependem de diversos fatores, como analito ou característica de interesse, ordem de grandeza dos resultados das amostras, técnicas e/ou metodologias analíticas, além da variabilidade proveniente dos procedimentos de coleta e do próprio ambiente, de forma que não existem critérios universais.

Uma série de documentos nacionais e internacionais, como NIT DICLA-057 (INMETRO, 2009) e AUSTRÁLIA (2007), indicam que resultados de DPR de até 20% são aceitáveis, porém propõe-se que seja realizada uma avaliação criteriosa que leve em consideração as diferentes características ambientais e as incertezas de medição para cada ensaio, especialmente para os biológicos. Uma opção para acompanhamento desses resultados, que inclui análise de tendência, é a elaboração e interpretação de cartas-controle.

4.5 Incerteza da Amostragem

Como já apresentado neste Guia, a amostragem ambiental surge da necessidade de se conhecer, por exemplo, as características e/ou composição de determinado ambiente ou parte dele e da impossibilidade de se analisar o "**todo**". Os procedimentos são, então, cuidadosamente planejados para a obtenção de amostras **representativas,** porém mesmo os melhores protocolos podem não produzir amostras perfeitamente representativas, no sentido de não apresentarem a mesma média do "todo", uma vez que a maior parte dos ambientes são heterogêneos em alguma medida. Essa variação potencial na composição de uma amostra em si dá origem a uma incerteza: a incerteza da amostragem (THOMPSON, 2008).

O resultado de uma medição não pode ser efetivamente avaliado sem uma declaração de sua incerteza associada e, no caso da incerteza de análises ambientais, a contribuição proveniente da etapa de

amostragem costuma ser muito maior do que aquela proveniente das etapas analíticas propriamente ditas, especialmente para ensaios químicos de uma maneira geral. A falta de conhecimento da incerteza da amostragem pode, portanto, levar a valores de incerteza de medição subestimados e falhas na avaliação dos resultados obtidos quanto ao uso pretendido (THOPMSON, 2008; 2009).

A princípio quatro métodos para a estimativa da incerteza de medição de amostragem foram propostos e testados. Elas correspondem às quatro combinações possíveis de números de técnicos de coleta (coletor) e números de protocolos de amostragem utilizados: coletor único/protocolo único, coletor único/protocolos múltiplos, vários coletores/protocolo único e vários coletores/protocolos múltiplos (RAMSEY, 1998). Atualmente, as abordagens mais utilizadas para estimativa dessa incerteza baseiam-se na avaliação de uma série de amostras em duplicata.

Para o cálculo da incerteza da amostragem para fins ambientais, recomenda-se utilizar as instruções do *Measurement uncertainty arising from sampling: A guide to methods and approaches* (RAMSEY; ELLISON; ROSTRON, 2019) que, em relação a primeira edição da publicação de 2007, incorporou resultados de pesquisas recentes e propõe, inclusive, métodos de menor custo agregado.



CAPÍTULO 5

EQUIPAMENTOS DE COLETA

5. EQUIPAMENTOS DE COLETA

Nesse capítulo são apresentados os diversos tipos de equipamentos sendo que as metodologias de coleta e as peculiaridades estão detalhadas nos capítulos específicos de amostragem de águas superficiais, sedimentos, águas tratadas, águas subterrâneas, efluentes líquidos e corpos hídricos receptores.

Os equipamentos empregados nos ensaios de campo e nas medições de vazão serão tratados em capítulos específicos.

5.1 Amostradores de Superfície

Os amostradores de superfície são aqueles utilizados para coletas desde a lâmina d´água até 30 cm de profundidade e também para coletas em tanques, torneiras, poços, etc. São, inclusive, equipamentos utilizados como apoio para realização de alguns ensaios de campo.

Dependendo das variáveis a serem analisadas, os amostradores de superfície devem ser lisos ou polidos para evitar incrustações e podem ser de plástico inerte, acrílico ou aço inox AISI 316L, sendo este último recomendado nesse Guia devido a sua compatibilidade com a maior parte dos ensaios de interesse.

5.1.1 Balde de Aço Inox

O balde normalmente utilizado para amostragem na superfície de corpos d'água em geral, deve ser confeccionado em aço inox AISI 316L polido, para evitar incrustações nas costuras de solda, corrosão e apresentar volume adequado para a finalidade da amostragem (Fig. 5.1).

De uma maneira geral, deve ser autoclavado para as coletas microbiológicas (em poços freáticos e reservatórios de água potável, por exemplo). Em coletas onde não é exigida a esterilidade do balde, o mesmo pode ser ambientado com água do próprio local, antes da coleta propriamente dita.



Figura 5.1. Balde de aço inox AISI 316L polido.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

5.1.2 Coletor com Braço Retrátil ou Rosqueável

É utilizado em amostragem de águas superficiais, como em saídas de efluentes, em locais de coleta de difícil acesso por meio de outros equipamentos. O braço retrátil ou rosqueável permite que se alcance o local desejado para coleta, mesmo permanecendo na margem. Deve ser confeccionado em aço inox AISI 316L polido, para evitar incrustações nas costuras de solda, corrosão e apresentar volume adequado para a finalidade da amostragem (Fig. 5.2).

Assim como o balde, deve ser autoclavado para as coletas microbiológicas (em poços freáticos e reservatórios de água potável, por exemplo). Em coletas onde não é exigida a esterilidade, o equipamento pode ser ambientado com água do próprio local, antes da coleta propriamente dita.



Figura 5.2. Coletor com braço rosqueável: (A) Vista lateral do equipamento montado; (B) Vista do coletor e do braço rosqueável desmontado; (C) Vista superior do coletor.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

5.1.3 Batiscafo

Esse equipamento é empregado para coletar amostras que não podem sofrer aeração, como aquelas destinadas aos ensaios de oxigênio dissolvido e sulfetos, e permite coletar amostras de superfície.

Consiste em um tubo cilíndrico, confeccionado em aço inox AISI 316L polido (Fig. 5.3), em cujo interior coloca-se um frasco de vidro de 300 mL de boca estreita e tampa esmerilhada (frasco do tipo DBO). A água a ser amostrada entra por um tubo localizado na parte superior central da tampa e atinge o interior do frasco, permitindo que o ar contido seja expulso por um orifício lateral à medida que ele

vai sendo preenchido com água. O volume do batiscafo permite uma renovação da água dentro do frasco de DBO, removendo assim todo o ar que poderia alterar os resultados.

O equipamento pode ser projetado para outros volumes ou desenhos de frascaria conforme necessidade dos ensaios a serem realizados, como por exemplo determinação de compostos orgânicos voláteis (Fig. 5.4).

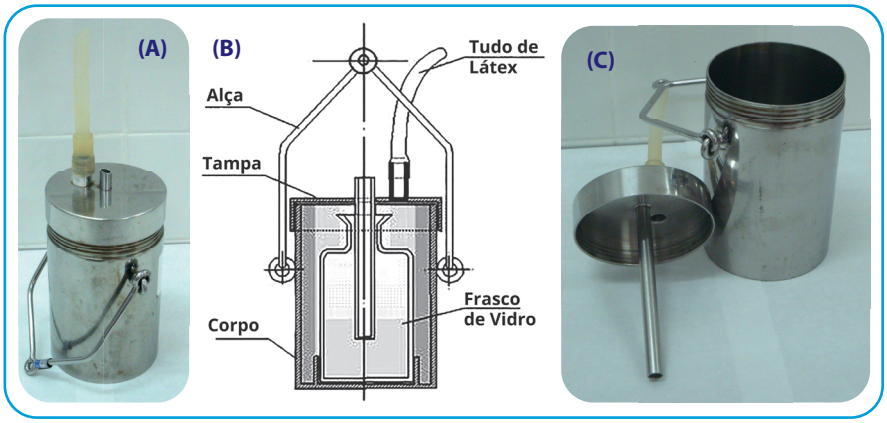


Figura 5.3. Batiscafo: (A) Batiscafo fechado; (B) Esquema ilustrativo em corte do equipamento; (C) Batiscafo aberto.
Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.



Figura 5.4. Batiscafo para determinação de compostos orgânicos voláteis: (A) Vista frontal do Batiscafo aberto; (B) Vista superior do Batiscafo aberto com frasco tipo *Vial* posicionado.
Fotos: Renan Lourenço de O. Silva /Banco de imagens CETESB.

5.2 Amostradores de Profundidade (coluna d'água)

5.2.1 Garrafa de Profundidade

Esses equipamentos permitem a coleta de amostras na superfície e em diferentes profundidades. Os tipos mais empregados são do tipo van Dorn e Niskin. Não são indicados para ensaios que requerem grandes volumes de amostra e para coleta de organismos de maior mobilidade.

As garrafas podem ser confeccionadas com tubo cilíndrico de PVC rígido, acrílico ou aço inox AISI 316L polido com capacidades variadas, por exemplo de 2 L, 6 L e 10 L (Fig. 5.5 e Fig. 5.6).

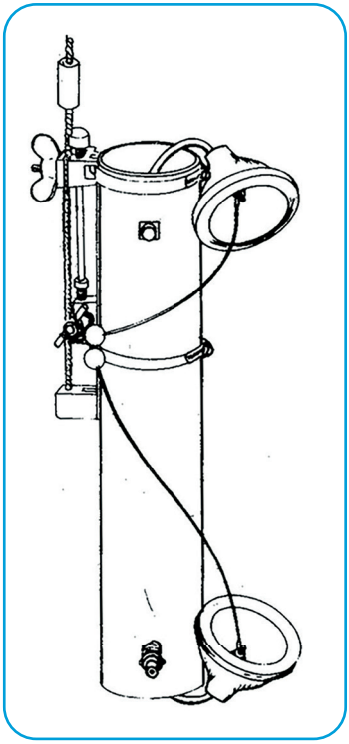


Figura 5.5. Esquema de uma garrafa do tipo van Dorn.
Fonte: CETESB, 1988.



Figura 5.6. Garrafa do tipo Niskin.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

Mergulha-se a garrafa aberta em ambas as extremidades e, após atingir a profundidade desejada, solta-se o mensageiro (Fig. 5.7), que fecha hermeticamente o amostrador. Essas garrafas podem ser utilizadas para coleta tanto de fluxo vertical como horizontal, dependendo do sistema de desarme (Fig. 5.8 e 5.9). Para estudos de microdistribuição devem ser empregadas as garrafas de fluxo horizontal.

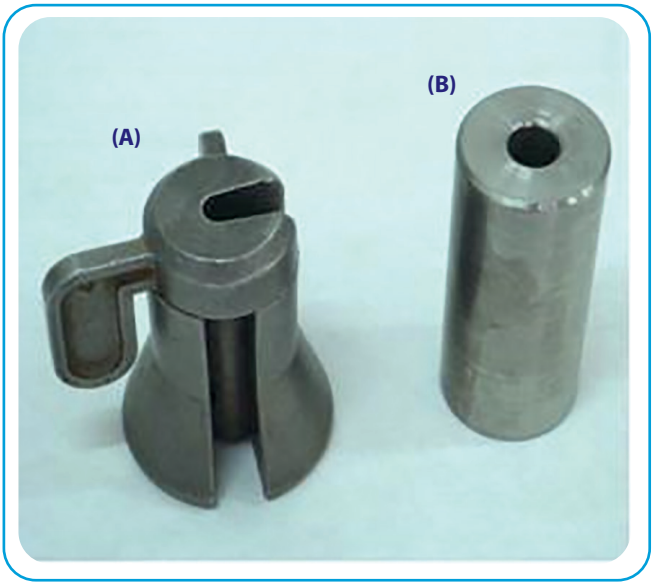


Figura 5.7. Mensageiro: (A) Equipamento industrializado; (B) Mensageiro manufaturado.
Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

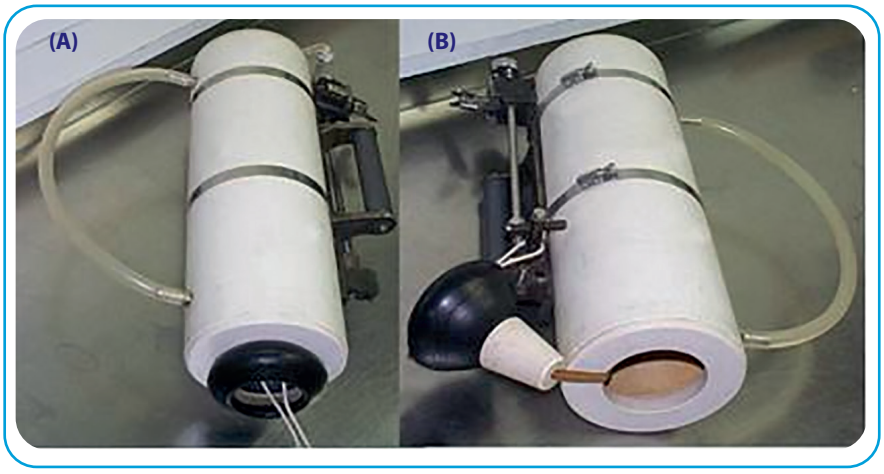


Figura 5.8. Garrafa do tipo van Dorn de fluxo vertical: (A) Garrafa desmontada; (B) Garrafa montada.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

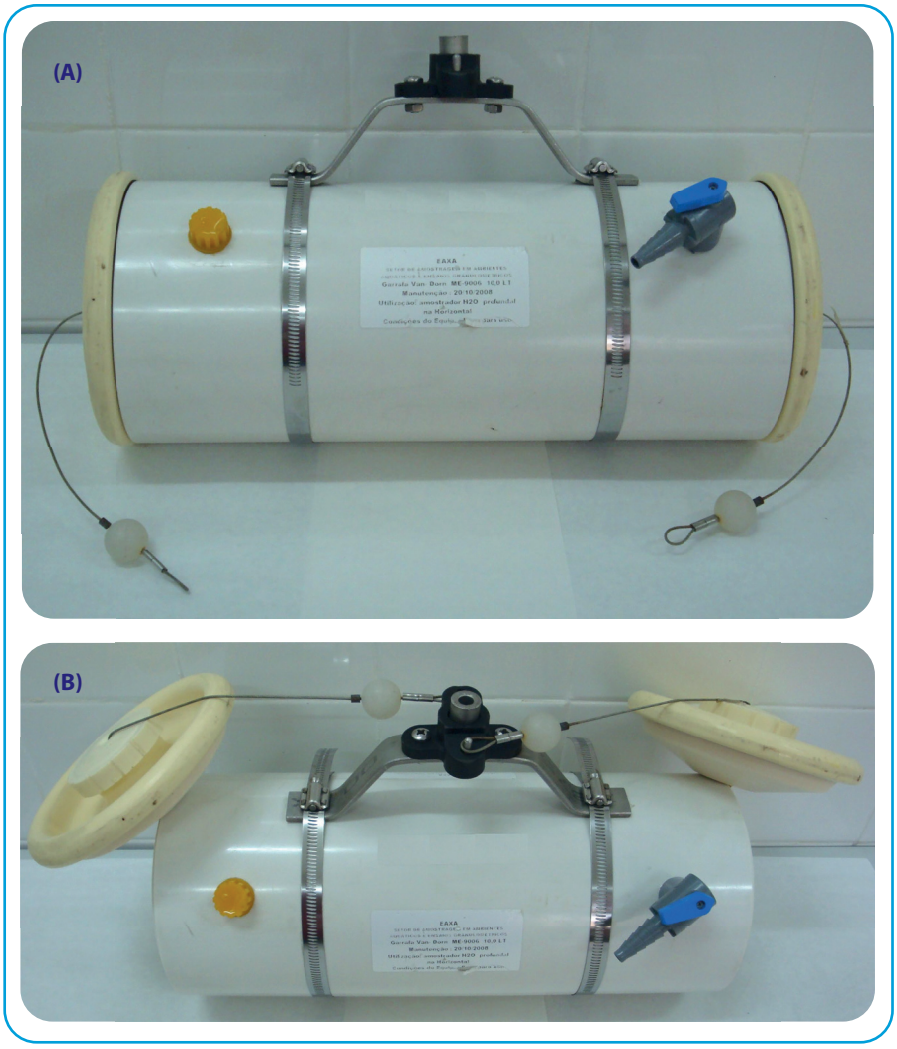


Figura 5.9. Garrafa do tipo van Dorn de fluxo horizontal: (A) Garrafa desmontada; (B) Garrafa montada.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

5.2.2 *Armadilha do Tipo Schindler-Patalas (Trampa)*

É utilizada em estudos qualitativos e quantitativos da comunidade planctônica. Confeccionada em acrílico transparente (Fig. 5.10), tem o formato de cubo ou paralelepípedo e capacidades variáveis (geralmente entre 5 e 30 L), sendo 30 L a capacidade preferencial, por ser mais representativa de acordo com APHA, AWWA e WEF (2023). Para estudos quantitativos recomenda-se que as armadilhas sejam identificadas e tenham seus volumes aferidos. Apresenta uma rede de náilon em um de seus lados, com diâmetro de poro conhecido, por onde a água do local é filtrada e os organismos planctônicos ficam retidos. Pode ser utilizada para obter amostras pontuais ou integradas da coluna d'água, sendo a operação deste equipamento detalhada no Capítulo 6.



Figura 5.10. Armadilha do tipo Schindler-Patalas.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

5.2.3 Bomba de Água

Apresenta a vantagem de se obter grandes volumes de água e em diferentes profundidades e é muito empregada na coleta de organismos zooplanctônicos. Para aplicação, submerge-se uma mangueira flexível ligada a uma bomba de água até a profundidade desejada, deixando-se passar água do local em abundância.

Os tipos de bomba são variáveis, porém a escolha do material da mangueira depende do ensaio de interesse (transparente no caso de coleta para zooplâncton, por exemplo) e deve-se garantir que a amostra não entre em contato com partes internas do equipamento que possam ser fontes potenciais de contaminação. Muitas vezes é necessário estimar o volume bombeado, de forma que se torna interessante o acoplamento de um hidrômetro ou outro medidor que possa fornecer essa informação.

5.2.4 Redes de Plâncton

Há vários tipos de redes de plâncton e, apesar de apresentarem melhorias importantes ao longo do tempo, modelos simples ainda são muito utilizados (Fig. 5.11).

A rede tem a forma de um cone e as costuras devem ser feitas com cuidado, a fim de que os organismos não fiquem retidos nas dobras. Na extremidade inferior encaixa-se um copo (Fig. 5.12), que pode ser rosqueado e apresentar orifícios vedados com malha de náilon adequada para a retenção dos organismos planctônicos em estudo e para diminuir o acúmulo de água no interior do copo.

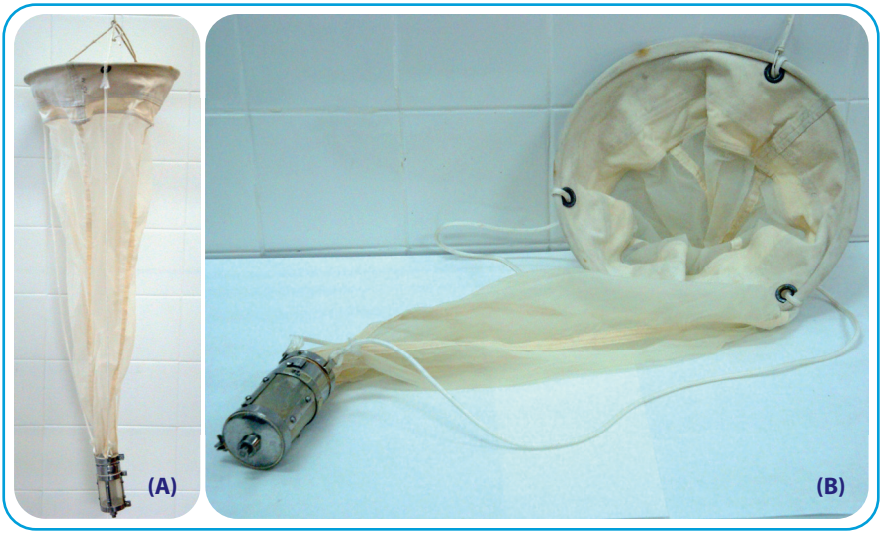


Figura 5.11. Rede de plâncton: (A) Vista frontal da rede e copo coletor; (B) Vista lateral da rede e copo coletor.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

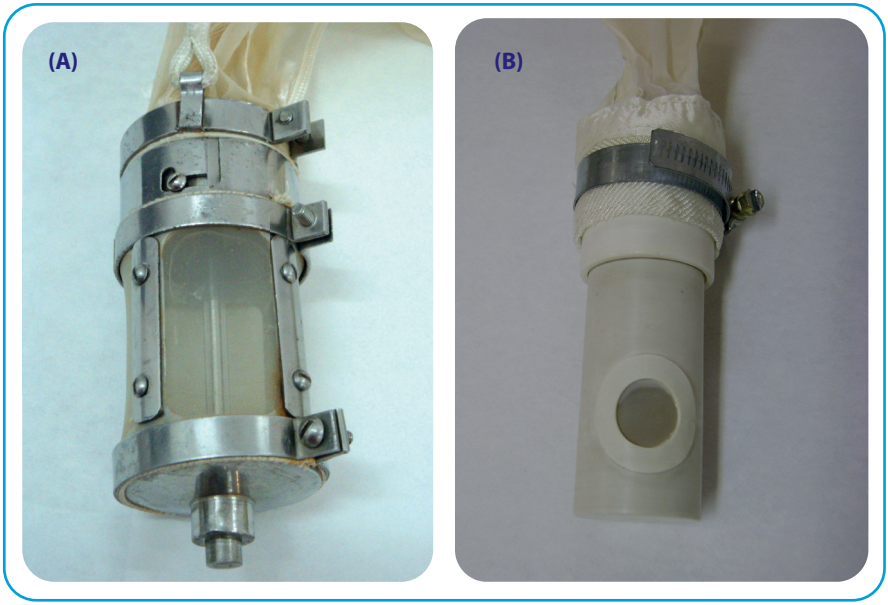


Figura 5.12. Copo coletor de rede de plâncton: (A) Inox; (B) PVC.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

As redes mais indicadas são aquelas confeccionadas com malha de náilon monofilamento, que não são facilmente suscetíveis às alterações e deformidades. Três cordéis são amarrados equidistantemente na extremidade superior da rede (aro da boca de rede), aos quais se prende uma corda, que deve ser graduada quando se quer conhecer a profundidade do arrasto. Redes pequenas podem apresentar uma haste lateral de tamanho fixo, ou um braço retrátil, para estudos qualitativos de organismos que vivem próximos às margens ou em vegetação.

As características da rede (comprimento, largura, diâmetro da boca, modelo, diâmetro do poro da malha, etc.) e o tipo de arrasto (horizontal, vertical, oblíquo ou estratificado) devem ser definidos de acordo com o objetivo do estudo e com as características do local, especialmente o tamanho da abertura da malha, que vai variar em função da classe de organismos que se deseja avaliar. Deve-se lembrar que, por mais finas que sejam as malhas, a capacidade da rede em reter os organismos está limitada a uma fração do plâncton total, e não coleta toda a variedade de organismos existentes na massa d'água.

Para estudos qualitativos, uma forma simples de coletar o plâncton é mergulhar a rede na água, retirando-a e deixando escorrer a água retida através da malha.

Para medida quantitativa do plâncton é necessário conhecer o volume de água filtrado pela rede por meio de uma proveta, balde de inox AISI 316L polido ou amostradores, como as garrafas do tipo van Dorn ou Niskin, tendo-se o cuidado de realizar a aferição dos equipamentos antes da coleta. Para as filtrações por meio de arrastos, o ideal é acoplar um fluxômetro calibrado (Fig. 5.13) entre o centro e o aro da boca da rede, que mede com maior precisão o volume de água que passa pela rede. Na ausência de um fluxômetro, o volume filtrado pelos arrastos pode ser estimado por meio da fórmula apresentada no Capítulo 6.

A rede é amplamente empregada para estudos qualitativos do fitoplâncton e quantitativos e qualitativos do zooplâncton; informações quantitativas do fitoplâncton geralmente são obtidas com amostras coletadas com garrafas. Detalhes sobre a coleta com redes de plâncton encontram-se no Capítulo 6.



Figura 5.13. Fluxômetro: (A) Fluxômetro em destaque; (B) Fluxômetro acoplado a rede de plâncton

Foto: César Augusto M. Roda (A) e José Jorge Neto (B)/Banco de imagens CETESB.

5.3 Amostradores de Fundo

Um bom amostrador de fundo (sedimentos e lajes) deve obter amostras representativas do leito, sendo que a escolha do equipamento mais apropriado depende das características do substrato, da dinâmica do ambiente, do volume e eficiência necessários, e dos objetivos do estudo. O conhecimento prévio do local, a escolha do equipamento mais adequado e sua correta operação são essenciais para um bom trabalho de amostragem. Alguns equipamentos, por exemplo, provocam ondas de choque em sua descida pela coluna de água, que podem perturbar a camada superficial de sedimentos mais finos, sendo necessário o controle de sua velocidade de descida para evitar este efeito.

A amostragem de sedimentos pode ser realizada utilizando-se pegadores ou testemunhadores (*core* ou *corer*), que devem ser preferencialmente usados sobre uma superfície de apoio (ex.: barco ou plataforma). Em geral, pegadores são utilizados em estudos da distribuição horizontal de variáveis físicas, químicas e biológicas, enquanto os testemunhadores adequam-se a estudos da distribuição vertical (em perfil) dessas mesmas variáveis no sedimento. Redes, delimitadores, substratos artificiais e amostradores de sucção servem para a amostragem de macroinvertebrados aquáticos.

5.3.1 Pegador de Ekman-Birge

Este tipo de amostrador é um dos mais utilizados em reservatórios, tanto pela facilidade de operação do equipamento, quanto por sua eficiência, e é adequado para avaliação da contaminação de sedimentos finos de ecossistemas aquáticos. Como se trata de um equipamento muito leve, não é indicado para locais com correnteza moderada ou forte e em substrato duro.

O desenho original foi feito por Ekman em 1911, posteriormente descrito por Birge em 1922 e modificado por Lenz em 1931 e 1932 (O'SULLIVAN; REYNOLDS, 2004).

O pegador do tipo Ekman-Birge (Fig.5.14) é constituído por uma caixa, confeccionada preferencialmente em aço inoxidável AISI 316L polido, onde se prendem duas garras em forma de concha e cujo mecanismo de fechamento funciona por meio do uso de mensageiro. No topo da caixa estão inseridas, por meio de dobradiças, duas portinholas que se abrem na descida do pegador, para que ele ganhe velocidade, tenha melhor fixação no sedimento e previna a formação de ondas de choque. Essas portinholas se fecham na subida, minimizando a lavagem da superfície do sedimento e o extravasamento do material coletado.

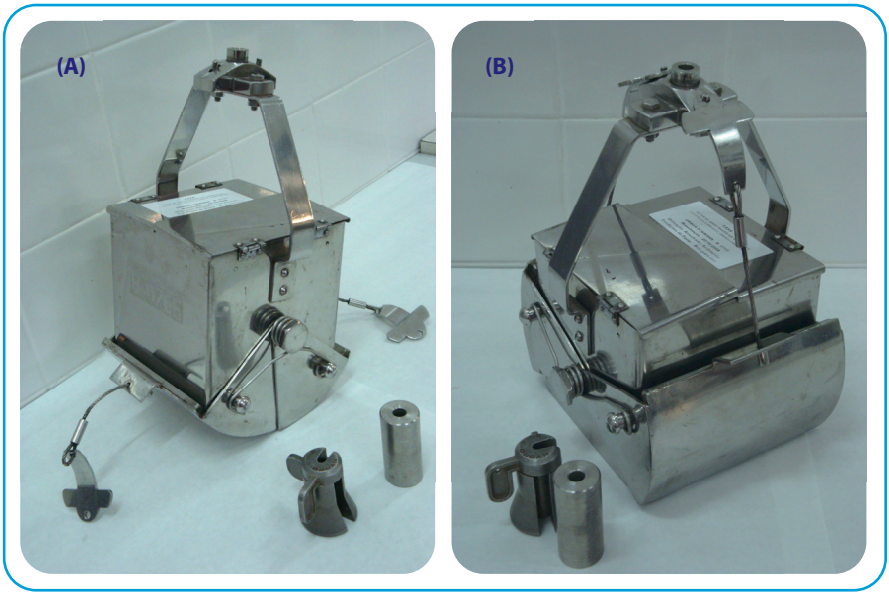


Figura 5.14. Pegador do tipo Ekman-Birge: (A) Equipamento desmontado; (B) Equipamento montado.

Fotos: César Augusto M. Roda/Banco de imagens CETESB.

O tamanho padrão possui as dimensões de 15 cm de largura x 15 cm de comprimento x 15 cm de altura, mas pode ser encontrado em versões maiores (15 cm x 15 cm x 23 cm, 23 cm x 23 cm x 23 cm e 30 cm x 30 cm x 30 cm). Versões com altura maior que a largura são aconselháveis para coleta de sedimentos muito moles.

Para armar o pegador, as garras devem ser puxadas para cima e um anel terminal ligado ao cabo de aço atado às garras deve ser enganchado em um pino localizado no topo do amostrador. O amostrador deve ser imerso perpendicularmente ao barco (que deverá estar ancorado) ou à plataforma fixa de onde for lançado. Uma vez no fundo, quando a corda estiver perfeitamente reta e esticada, lançar o mensageiro pela corda, que ativará o mecanismo de desarme, provocando o fechamento das garras e a captura do sedimento. É preciso cuidado na armação do pegador, pois não existem travas de segurança e o fechamento se dá rapidamente.

O pegador do tipo Ekman-Birge necessita de pesos adicionais para sua perfeita penetração em sedimentos mais grossos (arenosos), locais muito profundos ou com correnteza. Em locais com sedimentos finos (silte e argila, predominantemente), esse pegador tende a aprofundar-se demais, sendo necessário lançar o mensageiro assim que este alcança o fundo, a fim de evitar o transbordamento da amostra.

A versão modificada por Lenz (Fig. 5.15) permite o fracionamento da amostra de sedimento. Apresenta fendas horizontais equidistantes em um dos lados da caixa, onde é encaixada uma chapa inteiriça verticalmente para impedir a perda do material coletado. Para o fracionamento da amostra, essa chapa deve ser retirada e chapas adicionais de aço inoxidável (de dimensões similares à secção transversal do pegador) são inseridas horizontalmente nas fendas laterais, de modo a isolar somente a camada de sedimento de interesse (desprezando-se o restante).

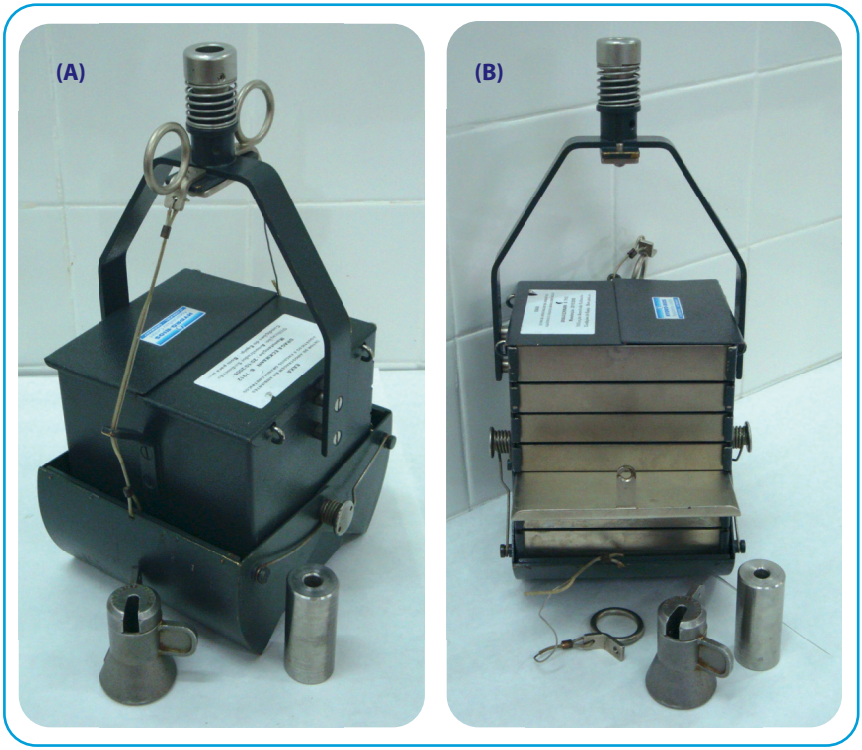


Figura 5.15. Pegador do tipo Ekman-Birge, modificado por Lenz: (A) Vista lateral do equipamento montado; (B) Vista frontal do equipamento fechado com fracionador de sedimento inserido.
Fotos: César Augusto M. Roda/Banco de imagens CETESB.

5.3.2 Pegador de Petersen e de van Veen

Muito utilizados para amostragem de substratos com predomínio de areia, cascalho e argila, são capazes de escavar (*morder*) substratos grossos devido ao seu peso elevado e sistema de alavanca. De acordo com a necessidade, como a existência de uma forte correnteza no local, o peso do equipamento pode ser aumentado pela adição de peças metálicas.

São construídos preferencialmente em aço inoxidável AISI 316L polido e podem ser confeccionados em vários tamanhos. Geralmente são manejados com o auxílio de um guincho fixo na borda da embar-

cação ou outro ponto de apoio. Por não possuírem travas de segurança, requerem cuidado no manuseio.

O pegador de Petersen possui um sistema de braços armados em pantógrafo que, quando tensionados mantêm aberta a caçamba por meio de uma trava. Quando o pegador chega ao fundo, a tensão desaparece e libera a trava. O fechamento do pegador somente ocorre quando o cabo é novamente tracionado para a retirada do pegador da água, permitindo a coleta do sedimento. A versão modificada (Fig. 5.16) alterou o formato da secção transversal da caçamba, de circular (formato original) para semicircular, e a posição dos braços.



Figura 5.16. Pegador tipo Petersen modificado.
Foto: César Augusto M. Roda/Banco de imagens CETESB.

O pegador van Veen difere do Petersen original por possuir um sistema de fechamento formado por corda ou corrente, e caçamba em semicírculo (Fig. 5.17). A fixação dos braços na borda das garras fornece maior estabilidade na descida e no fechamento deste pegador, com relação ao pegador de Petersen original. A presença de orifícios no topo da caçamba minimiza a formação de ondas de choque na

descida, evitando a lavagem da camada superficial do sedimento e o afastamento da epifauna, e permitindo maior velocidade de operação.

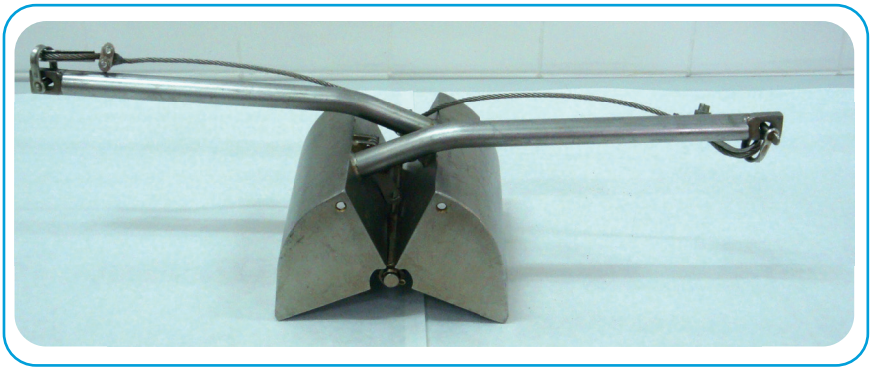


Figura 5.17. Pegador do tipo van Veen.
Foto: César Augusto M. Roda/Banco de imagens CETESB.

5.3.3 Pegador Ponar

O pegador Ponar é considerado o melhor equipamento para a coleta qualitativa e quantitativa dos bentos em substrato grosso (BURTON, 1992), e é o mais frequentemente usado, devido à redução na formação de ondas de choque.

Pode ser encontrado em dois tamanhos: padrão (área de captura aproximada: 0,052 m^2) e pequeno (0,023 m^2) (*petite Ponar*). O primeiro requer guincho na operação e é aconselhado para ambientes pristinos com maior diversidade biológica, e o segundo é indicado para ambientes poluídos.

Esse amostrador apresenta pino de segurança para manuseio e transporte, e é formado por um par de garras que descem tensionadas por meio de um pino com mola que se solta quando o pegador assenta no substrato, destravando o equipamento, possibilitando seu fechamento no início do processo de içamento. Possui placas laterais e uma tela no topo da caçamba que previnem a perda de material no fechamento. Sobre a tela há ainda uma placa de borracha que mini-

miza a formação de ondas de choque na descida e impede a lavagem e consequente perda de material durante a subida (Fig. 5.18). Pesos adicionais podem ser adicionados ao equipamento a fim de estabilizar a sua descida.

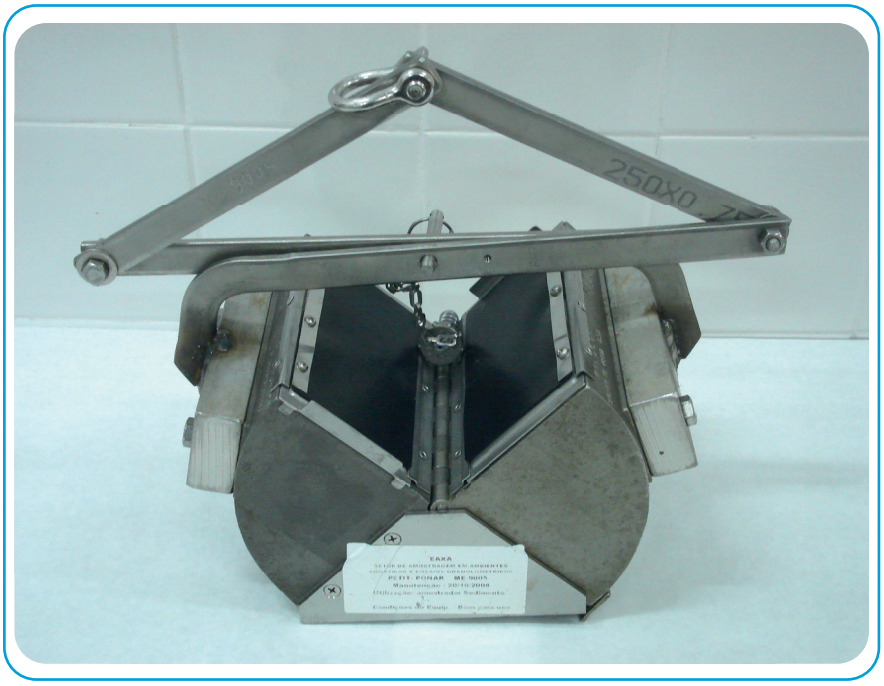


Figura 5.18. Pegador tipo Ponar pequeno.
Foto: Mônica L. Kuhlmann/Banco de imagens CETESB.

5.3.4 Amostrador em Tubo (Corer ou Testemunhador)

Apropriado para a coleta de sedimentos finos em água doce, estuários e mares, em baixas e altas profundidades. É considerado o mais adequado a estudos de dinâmica e distribuição vertical dos elementos químicos e biológicos nessa matriz, pois provoca baixa perturbação no perfil do sedimento coletado e na interface sedimento-água. É mais eficiente em substrato compactado, com menor teor de água, onde se obtém amostras íntegras.

Esse equipamento consiste em um cilindro, geralmente de aço inoxidável AISI 316L polido, com tubo coletor interno de plástico resistente e inerte (ex.: acrílico, politetrafluoretileno – teflon, cloreto de polivinil – PVC e polietileno de alta densidade). Pode ser simples ou múltiplo (tubos paralelamente acoplados); de diâmetro e comprimento variáveis; gravitacionais ou manuais.

No modelo Kajak-Brinkhurst (K-B) (Fig. 5.19), encontra-se conectada uma ponteira cônica de borda cortante na extremidade inferior do cilindro de aço, onde se prende um retentor em forma de meia laranja. O retentor, fabricado com material flexível, tem como função deixar entrar a amostra e impedir a sua saída. Esse modelo é operado com mensageiro, que o técnico lança ao sentir que o equipamento penetrou adequadamente no sedimento. O mensageiro fecha uma válvula, gerando um vácuo parcial dentro do tubo durante a retirada do amostrador do fundo, que ajuda a reter o sedimento. Para o funcionamento apropriado do mensageiro, a corda que prende o testemunhador deve estar esticada verticalmente à superfície da água (KLEMM *et al*., 1990; MUDROCH; MACKNIGHT, 1994).

O manuseio adequado normalmente requer dois técnicos para perfeita estabilidade do equipamento, principalmente em locais com correnteza e mais profundos, e os modelos oceanográficos, de maior porte, necessitam de guincho. Podem formar ondas de choque, minimizadas com a diminuição da velocidade de descida do equipamento que, por outro lado, pode provocar uma menor profundidade de penetração. Em locais com correnteza ou profundos, recomenda-se que o modelo tenha aletas (para proporcionar maior hidrodinamismo) e permita a utilização de pesos adicionais (se possível no meio do equipamento), para evitar a inclinação durante a sua descida e aumentar a penetração no substrato, respectivamente.

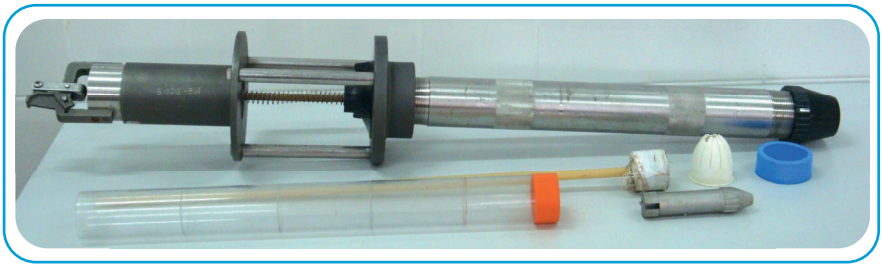


Figura 5.19. Testemunhador modelo Kajak-Brinkhurst (K-B *corer*).
Foto: CETESB, 1988.

Maiores informações sobre os métodos de fracionamento de amostras coletadas com testemunhadores podem ser obtidas em Mudroch e Macknight (1994).

Modelos manuais (Fig. 5.20) são utilizados em locais rasos ou na região entremarés (mais detalhes da utilização podem ser encontrados em Rosa Filho *et al.* (2015)). Podem ser construídos com um tubo de PVC rígido de diâmetro e comprimento compatível com o objetivo do estudo. Na extremidade inferior, normalmente são feitos recortes, para facilitar sua penetração no sedimento, e próximo à extremidade superior podem ser feitos dois recortes horizontais através dos quais pode ser acoplada uma barra para facilitar seu manuseio.

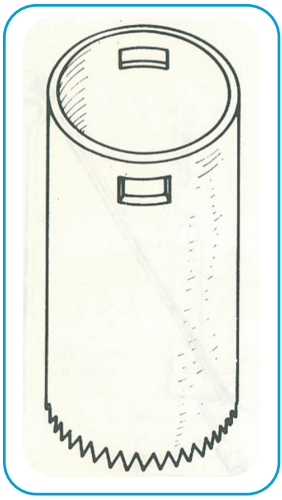


Figura 5.20. Pegador manual.
Fonte: CETESB, 1988.

5.3.5 Draga Retangular

A draga retangular é apropriada para amostragem por arrasto, geralmente no ambiente marinho. Devido ao seu tamanho, necessita de guincho e embarcação apropriada, e é indicada para a coleta de organismos de maior porte, como crustáceos, equinodermos e macroalgas.

Consiste em uma armação metálica, de dimensões variadas, à qual se prende uma rede resistente, com malhas de abertura selecionadas conforme o material que se quer amostrar (Fig. 5.21). À frente da armação há duas hastes que são unidas a um cabo, por onde é feita a descida e a subida do equipamento. O equipamento é lançado na água e arrastado com o barco em movimento, sendo recomendada a padronização do tempo ou distância percorrida pelo arrasto para a comparação dos resultados (semiquantitativos).

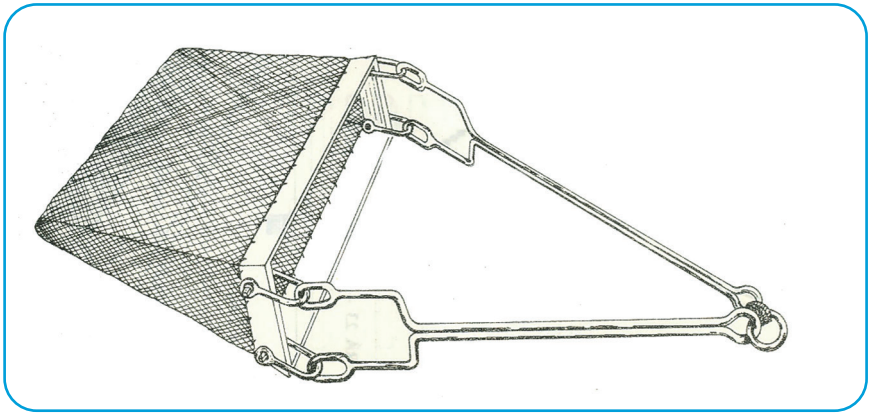


Figura 5.21. Draga retangular.
Fonte: CETESB, 1988.

5.3.6 Delimitadores

Embora tenham sido concebidos para amostragem quantitativa de bentos e macrófitas, os delimitadores são mais utilizados em estudos qualitativos ou semiquantitativos de locais rasos de diversos ambientes (de 30 a 70 cm de profundidade, em água doce, estuário e marinho), costões rochosos e manguezais, por definirem uma área de coleta. No

caso desses equipamentos, a experiência do profissional é fundamental para que uma boa amostragem seja realizada.

Consistem em uma armação de área definida, na qual pode estar acoplada uma rede. Quanto menor a malha da rede, maior será a resistência à correnteza, maior o refluxo e, consequentemente, maior a perda de material. A malha de 0,25 mm retém a maioria dos estádios larvais de insetos aquáticos, mas malhas de 0,50 a 0,90 mm são as mais utilizadas para evitar o refluxo.

O delimitador do tipo Surber (Fig. 5.22) consiste em uma rede que se mantém aberta por uma moldura quadrada, perpendicular a outra moldura de igual tamanho. Quando em operação, a moldura que suporta a rede fica em posição vertical enquanto a moldura horizontal, que corresponde à área de amostragem, é pressionada manualmente contra o fundo. É o mais usado e também o mais indicado para a amostragem em locais de difícil acesso, pois é dobrável e mais leve, o que facilita o seu transporte em terreno acidentado.



Figura 5.22. Delimitador do tipo Surber.
Foto: Lucy L. Ogura/Banco de imagens CETESB.

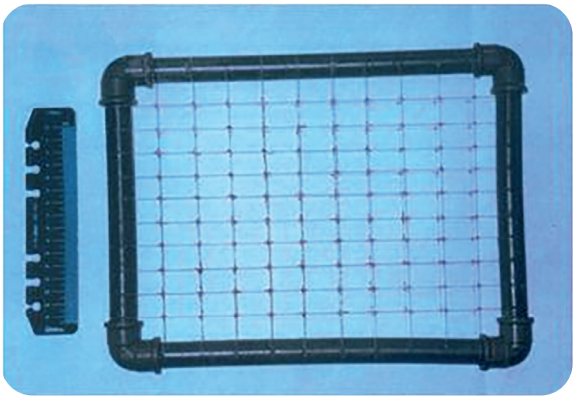
O Hess-Canton (Fig. 5.23), outro tipo de delimitador, pode ser montado em tubo de PVC ou acrílico, onde são feitas duas aberturas: uma a ser posicionada para montante, protegida por uma tela, de forma a não permitir contaminação por material vindo a montante, e a outra, oposta à primeira, contém uma rede em forma de saco em que os organismos são aprisionados. A área interna do tubo corresponde à área de amostragem.



Figura 5.23. Delimitador do tipo Hess-Canton.
Foto: Helena M. Watanabe/Banco de imagens CETESB.

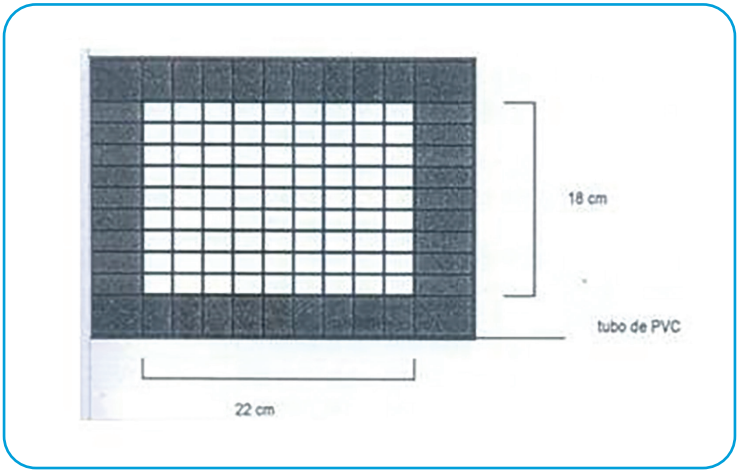
Nos amostradores do tipo Surber e Hess-Canton, a correnteza é utilizada como força motriz que conduz os organismos desalojados da área delimitada, por raspagem com as mãos ou pás, para o fundo das redes. No momento da coleta deve-se tomar cuidado para que não fiquem frestas na base do equipamento e para que não se perturbe o substrato rio acima. Para minimizar as perdas de organismos, recomenda-se acoplar material flexível, como esponjas, à sua base.

O delimitador de bentos de substrato consolidado (costões rochosos) para porcentagem de cobertura consiste em uma armação retangular de PVC, que pode ser de 22 cm x 18 cm (amostrando uma área de 396 cm2), na qual são presos fios de náilon em intervalos regulares, tanto na direção horizontal, quanto na vertical (Figs. 5.24 e 5.25).



Figuras 5.24. Detalhe do delimitador para estimativa da porcentagem de cobertura de comunidades de costão rochoso.

Fonte: LOPES, 1997.



Figuras 5.25. Dimensões do delimitador para estimativa da porcentagem de cobertura de comunidades de costão rochoso.

Fonte: MILANELLI, 2003.

Outro método utilizado para as avaliações de cobertura das populações de substrato consolidado é o fotográfico. As fotografias são tomadas com a utilização de uma câmera fotográfica com lente *close-up* (Fig. 5.26) que enquadra, por meio de um suporte com um delimitador uma área padronizada do substrato.



Figura. 5.26. Máquina fotográfica montada com lente *close-up*, suporte com delimitador de enquadramento e flashes.

Foto: Helio Rubens V. Imbimbo/Banco de imagens CETESB.

Para a determinação da estrutura espacial de comunidades de costão podem ser utilizados vários tipos de amostradores, cujas dimensões estão relacionadas à distribuição dos indivíduos no substrato, bem como a presença de espécies menos comuns e mesmo raras. A figura 5.27 apresenta um delimitador para essa finalidade confeccionado em madeira, com dimensão de 10 cm x 50 cm, dentro do qual corre um menor, de 10 cm x 10 cm, subdividido em quadrículos de 1 cm x 1 cm (MILANELLI, 1994). Os delimitadores anteriormente mencionados nas figuras 5.24 e 5.25 também podem ser empregados para amostragem da porcentagem de cobertura (dimensão de 22 cm x 18 cm); a diferença consiste no modo de amostragem devido às finalidades distintas (LOPES, 1997, MILANELLI, 2003).

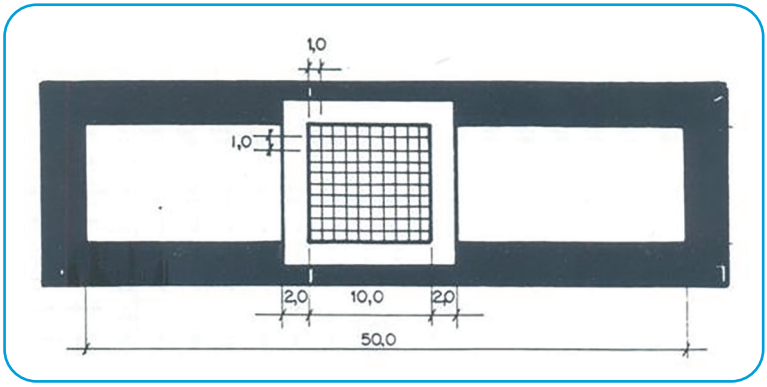


Figura 5.27. Detalhe do delimitador para estimativa da estrutura espacial de comunidades de costão rochoso, indicando suas respectivas dimensões em centímetros.

Fonte: MILANELLI, 1994.

A determinação do declive de costão rochoso é feita por meio de duas réguas. Ambas são confeccionadas em madeira, com comprimento de 200 cm, marcada de 1 em 1 cm, com numerações a cada 10 cm. A largura da barra é variável, preferencialmente em torno de 5 cm, com espessura em torno de 1 cm, o que a torna suficientemente resistente e de fácil manuseio.

As definições do declive e do perfil da praia são feitas com um declivímetro, aparelho desenvolvido pela CETESB. É constituído por três barras cilíndricas de aço, com 1 metro de comprimento cada, e uma barra horizontal que corre por duas barras verticais, uma delas graduada em centímetros (Fig. 5.28).

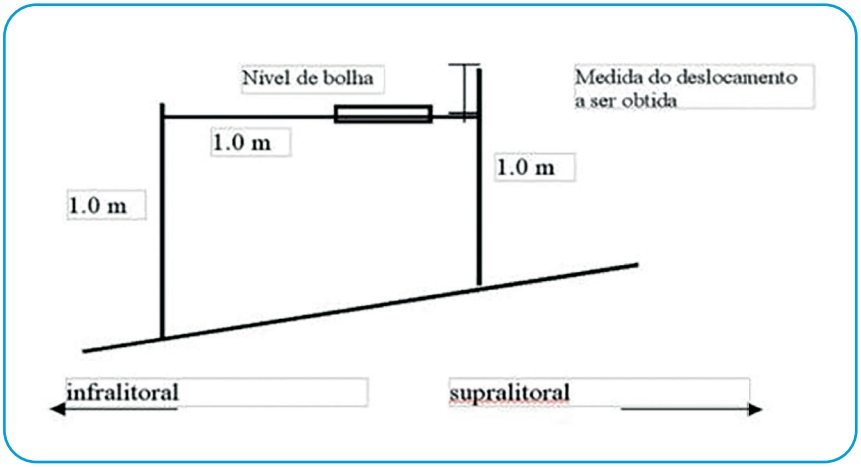


Figura 5.28. Medidor de declive de praia.
Fonte: MILANELLI, 2003.

5.3.7 Redes Manuais

Redes manuais servem à coleta qualitativa ou semiquantitativa da macrofauna bentônica em ambientes rasos (lênticos e lóticos), de até 70 cm de profundidade, e da fauna associada a bancos de macrófitas (Fig. 5.29) em água doce. Na avaliação semiquantitativa, o esforço amostral deve ser padronizado em termos temporais ou espaciais. Um método bastante utilizado em biomonitoramento com macroinvertebrados bentônicos em riachos é chamado *kick sampling*. Neste método, a rede manual, geralmente de formato retangular, é posicionada transversalmente ao curso do rio, de forma a ter sua abertura direcionada para a nascente. O técnico coletor posiciona-se à frente da rede e literalmente chuta o substrato desde uma distância previamente padronizada. Com este movimento, os organismos que colonizam este substrato serão desalojados e capturados na rede.

Com abertura de forma triangular, retangular ou semicircular (Rede D), a rede deve ter preferencialmente abertura de malha entre 0,25 e 0,90 mm. Aberturas menores acarretam problema de refluxo de água, podendo ocasionar perda de organismos.



Figura 5.29. Rede manual.
Foto: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

5.3.8 Amostrador de Sucção

Construído com mangueiras acoplados a uma bomba de água ou a um compressor de ar, funciona por aspiração ou suspensão do substrato, que é então coletado com uma rede (KIKUCHI; FONSECA-GUESSNER; SHIMIZU, 2006). É utilizável em qualquer tipo de ambiente e pode ser a única opção para a amostragem de substratos rochosos de rios de grande porte, cuja velocidade de fluxo não permita o assentamento de um substrato artificial. Além disso, padroniza a amostragem em rios com substrato muito variável ou que vá sofrer alteração (ex. rios que serão represados). O equipamento desenvolvido por Kikuchi e colaboradores (2006) necessita de um barco de pelo menos 5 m de comprimento com motor de popa, guincho transversal capaz de suportar pelo menos 50 Kg e pontos de fixação para a mangueira e para a bomba de água, do tipo autoescorvante a gasolina, com motor de 3600 rpm. O tempo de sucção sugerido, a partir do momento que o equipamento se assenta no substrato, é de 30 segundos.

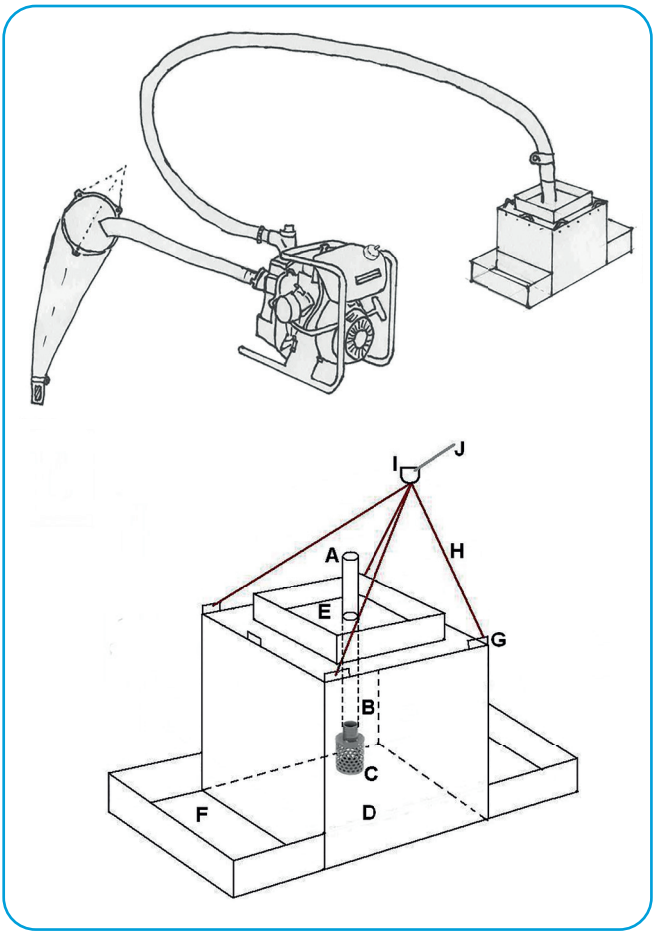


Figura 5.30. Esquema do equipamento para amostragem dos bentos por amostrador de sucção: (A e B) Extremidades do tubo; (C) Filtro; (D) Parte inferior da caixa; (E e F) Espaço para acoplar lastro; (G) Alça para fixação de corda; (H) Cabo; (I) Engate e (J) Cabo de aço.
Fonte: KIKUCHI; FONSECA-GUESSNER; SHIMIZU, 2006.

5.4 Substrato Artificial

Existe uma variedade grande de tipos de substratos artificiais, desenvolvidos para diferentes ambientes e objetivos de amostragem. De uma forma geral, esses amostradores prestam-se à amostragem qualitativa e semiquantitativa da fauna de macroinvertebrados e do

perifíton, em ambientes lóticos pouco profundos ou lênticos litorâneos. A amostragem com substrato artificial é não destrutiva e adequa-se a: (a) estudos de biomonitoramento da qualidade das águas em ambientes de acesso restrito; (b) inventário faunístico em áreas de proteção ambiental; (c) atividades de educação ambiental; (d) auxiliar no levantamento faunístico, somando-se a outras técnicas de amostragem; (e) coleta em situações em que seja impraticável o uso de outros amostradores, como em rios mais profundos, de fundo pedregoso ou em laje. Nestes casos, as dimensões do substrato artificial devem ser compatíveis com a profundidade local, no período seco.

As principais desvantagens em seu uso referem-se à: (a) necessidade de duas viagens a campo (instalação e coleta); (b) susceptibilidade ao vandalismo, o que acarreta perda ou má geração de dados; (c) a limitação do histórico do dado à extensão do período de exposição; (d) avaliação da qualidade da água e não do sedimento natural; (e) necessidade de definição prévia do tempo de exposição ideal, para que o processo de colonização alcance a estabilidade, que irá variar com o tipo de substrato e ambiente de estudo.

Antes da instalação dos substratos artificiais nos ecossistemas aquáticos é necessária uma avaliação preliminar do ambiente para evitar perdas do material, especialmente no período chuvoso.

Para a comunidade de macroinvertebrados devem ser evitados estudos com substratos artificiais no período chuvoso, já que enchentes podem aumentar a probabilidade de perda de organismos e dos substratos, além de causar distúrbios no processo de colonização.

5.4.1 Cesto com Pedras (Macroinvertebrados)

Os cestos preenchidos com pedras desenvolvidos pela CETESB (Fig. 5.31) são retangulares, confeccionados em tela plástica resistente e com abertura de malha de 1 a 2 cm (KUHLMANN; IMBIMBO; WATANABE, 2003). Exibem uma alça superior para facilitar a manipulação, feita em tubo fino de PVC. São preenchidos com pedra de brita de diâmetro aproximado de 4 cm e seu peso final é, em média, entre

7 e 8 kg. A pedra de brita foi adotada tendo em vista sua rugosidade, que facilita a colonização, e fácil obtenção.

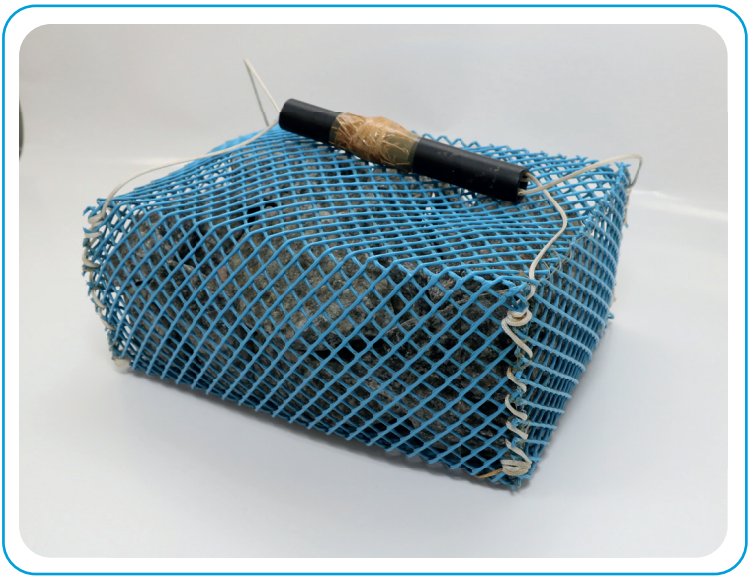


Figura 5.31. Substrato artificial do tipo cesto preenchido com pedra de brita.
Foto: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

Na instalação, cada cesto deve ser preso pela alça a uma corda de náilon, fixada em um ponto da margem pela outra extremidade. Como ponto de fixação podem ser usadas árvores ou, quando essas não ocorrerem, estacas de madeira. É importante camuflar (com barro ou vegetação, por exemplo) tanto as estacas quanto as partes expostas da corda. As réplicas de substrato devem ser colocadas em pontos diferentes, selecionados de forma aleatória com distância mínima de 2 metros, mas próximos à margem. A localização dos cestos deve ser registrada em um croqui ou registro fotográfico do local de coleta para facilitar seus resgates.

Como medidas preventivas à perda de animais por lavagem pelo filme de tensão superficial da água, pode-se (a) costurar um pedaço de tela no fundo e nas laterais do cesto; (b) colocar uma rede manual sob o cesto, antes de retirá-lo da água, lavando o material aprisionado na

rede no saco plástico, onde o cesto for acondicionado; (c) acondicionar o cesto diretamente no saco plástico, quando este ainda estiver sob a superfície da água.

5.4.2 Suporte para Lâminas (Perifíton)

Há várias opções de suportes de substratos artificiais para o estudo e coleta de perifíton (Fig. 5.32). Os suportes comportam lâminas de vidro usadas em microscopia comum, que são presas em encaixes existentes nas placas laterais de acrílico ou madeira. Os suportes contendo os substratos artificiais devem permanecer submersos durante o período de estudo. Recomenda-se que substratos sejam posicionados entre 10 e 20 cm de profundidade para evitar fotoinibição e interferência do ambiente externo (por exemplo, ação de insetos, pássaros, entre outros fatores). Com base nos objetivos do estudo, os suportes contendo os substratos podem permanecer fixos ou livres com auxílio de um flutuador.



Figura 5.32. Suportes com lâminas: (A) Esquema mostrando um suporte para lâminas de vidro; (B) Suporte de acrílico contendo lâminas de vidro colonizadas; (C) Estrutura fixa contendo suporte de madeira com lâminas de vidro para colonização; (D) Substrato de acrílico submerso com 35 dias de colonização fixo em um tubo de PVC; (E) Estrutura de madeira com flutuadores com lâminas de vidro para colonização; (F) Suporte de madeira com lâminas de vidro colonizadas.

Fotos: Laboratório de Ecologia Aquática/IPA/Banco de imagens CETESB.

A localização dos substratos artificiais deve ser georreferenciada, anotando-se pontos de referência e coordenadas geográficas para facilitar o seu resgate. É aconselhável a instalação dos flutuadores em locais pouco frequentados e protegidos e não sombreados, para evitar a perda pelo manuseio por estranhos e/ou roubo.

Existem suportes de diferentes modelos, como tubos de vidro ao invés de lâminas. Perifitômetros, por exemplo, podem ser comprados em algumas lojas especializadas em material e equipamentos para estudos limnológicos e podem ser usados em lagos e reservatórios ou rios/riachos.

5.5 Substrato Natural Consolidado (Rochas)

Perifitômetro com Escova

Perifitômetros com escovas são utilizados para coleta de perifíton em substratos naturais consolidados (rochas) e podem ser usados para coleta em rios e riachos rasos, em rochas que não podem ser removidas. O perifitômetro com escova adaptado de VIS (1997) pela CETESB (Fig. 5.33) consiste em um tubo de acrílico ao qual são acopladas uma escova e uma pera de sucção. A escova é presa na parte superior do equipamento por uma peça de borracha flexível, que permite movimentá-la em todas as direções por meio de um cabo, externo. Um furo permite a passagem de uma mangueira de borracha, à qual se prende uma pera de sucção. Do outro lado do tubo, uma mangueira mais fina serve para transferência da amostra do equipamento para o frasco de coleta.



Figura 5.33. Perifitômetro com escova (VIS, 1997 – Modificado).
Foto: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB..

Na parte inferior do equipamento, que é aberta, uma borracha com diâmetro de medida conhecida permite que o equipamento seja encostado no substrato que se pretende amostrar, possibilitando uma medida quantitativa, relativa à área do amostrador, dos organismos coletados.

Na Tabela 5.1 estão relacionados os amostradores de substratos apresentados nesse capítulo, trazendo as principais vantagens e desvantagens das aplicações de seus usos.

EQUIPAMENTO	AMBIENTE	USO
PEGADORES		
Ponar	• marinho e estuarino. • água doce – rios profundos e margens de reservatórios.	• em substrato grosso e duro (arenoso à cascalho). • para ensaios químicos, toxicológicos, microbiológicos e de comunidades bentônicas. • a versão maior (523 cm^2) é mais indicada para ambientes marinhos, estuarinos e pristinos de água doce; a menor (232 cm^2) para locais de água doce poluídos. • l serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.
Petersen ou van Veen modificado	• marinho e estuarino. • água doce – rios profundos e margens de reservatórios.	• em substrato grosso e duro (arenoso à cascalho). • para ensaios químicos, toxicológicos, microbiológicos e de comunidades bentônicas. • a versão maior (588 e 1000 cm^2) é mais indicada para ambientes marinhos e estuarinos; a menor (390 cm^2) para locais de água doce. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.

VANTAGENS	DESVANTAGENS
PEGADORES	
• apresenta vários tamanhos. • é considerado o melhor amostrador quantitativo em substrato duro para a comunidade bentônica. • as placas laterais e telas previnem a perda de amostra no fechamento e reduzem a formação de ondas de choque. • possui pino de segurança.	• a amostra obtida não é tão íntegra quanto em amostragens com testemunhador (*corer*). • a versão maior é pesada e necessita de guincho. • não é muito adequado para uso em substrato mole, podendo haver perda de partículas finas por ondas de choque e não captura adequadamente organismos que se enterram mais profundamente. • suas garras podem ser bloqueadas por pedras, galhos ou outros detritos, acarretando perda de amostra. • é possível ocorrer contaminação da amostra por metais que possam compor a estrutura do pegador (verificar o material empregado na confecção do equipamento).
• apresenta vários tamanhos. • captura grande volume de sedimento.	• a amostra obtida não é tão íntegra quanto em amostragens com testemunhador (*corer*). • as versões média e maior são pesadas e necessitam de guincho. • não é muito adequado para uso em substrato mole, havendo perda de partículas finas por ondas de choque e de organismos que se enterram mais profundamente • suas garras são frequentemente bloqueadas por pedras, galhos ou outros detritos, acarretando perda de amostra. • é possível ocorrer contaminação da amostra por metais que possam compor a estrutura do pegador (verificar o material empregado na confecção do equipamento).

EQUIPAMENTO	AMBIENTE	USO
PEGADORES		
Ekman-Birge	• estuarino. • água doce – região profunda de reservatórios e regiões de fraca correnteza em rios.	• em substrato fino e mole (arenoso fino à argiloso). • para ensaios químicos, toxicológicos, microbiológicos e de comunidades bentônicas. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica. • a modificação de Lenz permite estratificação e estudos ao longo do perfil vertical do sedimento.
AMOSTRADOR EM TUBO (TESTEMUNHADOR OU *CORER*)		
Simples ou múltiplo	• marinho e estuarino. • água doce – rios profundos e região profunda de reservatórios.	• em substrato fino e mole (arenoso fino à argiloso). • para ensaios químicos, toxicológicos, microbiológicos e de comunidades bentônicas. • a versão maior (45,6 cm^2) é mais indicada para ambientes marinhos e estuarinos; a menor (20,3 cm^2) para locais de água doce. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.

VANTAGENS	DESVANTAGENS
PEGADORES	
• é leve e de fácil operação. • reduz as ondas de choque pela existência de placas que se abrem no topo. • a amostra é obtida quase íntegra, permitindo subamostragem.	• a amostra obtida não é tão íntegra quanto em amostragens com testemunhador (*corer*). • é muito leve para ser usado em substrato duro ou sob correnteza moderada ou forte. • suas garras frequentemente não fecham totalmente por falha no mecanismo. • é possível ocorrer contaminação da amostra por metais que possam compor a estrutura do pegador (verificar o material empregado na confecção do equipamento). • é possível a perda de material fino na subida do amostrador.
AMOSTRADOR EM TUBO (TESTEMUNHADOR OU *CORER*)	
• a amostra é obtida íntegra, permitindo estratificação e estudos ao longo do perfil vertical do sedimento. • a perturbação da interface sedimento-água é mínima. • é adequado para coleta de organismos que se enterram profundamente em sedimento mole. • o pequeno tamanho amostral permite maior número de replicatas, com redução do tempo de ensaio. • existem vários modelos (por ex.: fechamento por gravidade ou mensageiro), diâmetros e comprimentos. • pode apresentar válvulas de funcionamento automático que previnem a perda da amostra. • baixo risco de contaminação da amostra por metais que possam compor a estrutura do pegador devido ao uso de material inerte na confecção dos tubos removíveis.	• aqueles que operam por gravidade podem apresentar problemas de funcionamento e ocasionar perda da amostra. • a área de amostragem é limitada, requerendo repetição da operação e retirada de tubos. • devido a pequena área de amostragem, não permite precisão na estimativa da biomassa bentônica e de densidade populacional de organismos bentônicos de maior porte. • não retem areia. • muitos modelos requerem barco e guincho na operação. • é necessário cuidado no manuseio para evitar perda de sedimento na retirada da amostra.

EQUIPAMENTO	AMBIENTE	USO
PEGADORES		
Manual	• marinho, estuarino e de água doce rasos.	• em substrato fino e mole (arenoso fino à argiloso). • para ensaios químicos, toxicológicos, microbiológicos e de comunidades bentônicas. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.
REDES E DELIMITADORES		
Rede para *kick sampling*	• riachos rasos (profundidade inferior a 32cm) de correnteza moderada.	• em substrato grosso e duro (arenoso grosso, cascalho e seixos). • para ensaios de comunidades bentônicas. • serve para amostragem semiquantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.
Hess	• riachos rasos (profundidade inferior a 32 cm) de correnteza moderada.	• em substrato grosso e duro (arenoso grosso, cascalho e seixos). • para ensaios de comunidades bentônicas. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.

VANTAGENS	DESVANTAGENS
PEGADORES	
• a amostra é obtida íntegra, permitindo estratificação e estudos ao longo do perfil vertical do sedimento. • a perturbação da interface sedimento-água é mínima. • é adequado para coleta de organismos que se enterram profundamente em sedimento mole. • o pequeno tamanho amostral permite maior número de replicatas, com redução do tempo de ensaio. • existem vários diâmetros e comprimentos. • baixo risco de contaminação da amostra por metais que possam compor a estrutura do pegador devido ao uso de material inerte na confecção dos tubos removíveis.	• a área de amostragem é limitada, requerendo repetição da operação e retirada de tubos. • devido a pequena área de amostragem, não permite precisão na estimativa da biomassa bentônica e de densidade populacional de organismos bentônicos de maior porte. • não retem areia. • é necessário cuidado no manuseio para evitar perda de sedimento na retirada da amostra.
REDES E DELIMITADORES	
• a amostra é de fácil processamento analítico. • é de fácil construção e operação. • equipamento de baixo custo. • pode ser usado em banco de macrófitas.	• necessita de experiência do coletor, que deve ser capaz de reconhecer os diferentes mesohabitats do local.
• amostra uma unidade de área definida e totalmente cercada, o que impede a perda lateral de organismos. • a amostra é de fácil processamento analítico. • é de fácil construção e operação. • equipamento de baixo custo.	• difícil de ser colocado sobre alguns substratos, podendo ocorrer perda de organismos pela parte inferior do equipamento. Adaptações com espuma na base do equipamento melhoram a sua aderência ao fundo, minimizando essa perda. • não pode ser usado eficientemente sob correnteza branda. • necessita de experiência do coletor, que deve ser capaz de reconhecer os diferentes mesohábitats do local. • é pesado e volumoso, o que dificulta o seu transporte, principalmente em trilhas.

EQUIPAMENTO	AMBIENTE	USO
PEGADORES		
Surber	• riachos rasos (profundidade inferior a 32 cm) de correnteza moderada.	• substrato grosso e duro (arenoso grosso, cascalho e seixos). • para ensaios de comunidades bentônicas. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade bentônica.
AMOSTRADOR DE SUCÇÃO		
Amostrador de Sucção	• marinho e estuarino. • água doce – rios e reservatórios.	• todo tipo de substrato. • serve para amostragem qualitativa e quantitativa da comunidade bentônica. • em qualquer profundidade.
SUBSTRATO ARTIFICIAL		
Cesto com pedras	• rios, riachos e margens de reservatórios.	• em substrato grosso e duro (arenoso a rochoso). • para ensaios de comunidades bentônicas (amostragem semiquantitativa e qualitativa).

VANTAGENS	DESVANTAGENS
PEGADORES	
• amostra unidade de área definida. • a amostra é de fácil processamento analítico. • é de fácil construção e operação. • equipamento de baixo custo.	• difícil de ser colocado sobre alguns substratos, podendo ocorrer perda de organismos pela parte inferior do equipamento. Adaptações com espuma na base do equipamento melhoram a sua aderência ao fundo, minimizando essa perda. • pode ocorrer perda de organismos pela lateral da rede, devido a área de amostragem não ser totalmente cercada. • não pode ser usado eficientemente sob correnteza branda. • necessita de experiência do coletor, que deve ser capaz de reconhecer os diferentes mesohábitats do local.
AMOSTRADOR DE SUCÇÃO	
• permite amostragem em rios profundos e caudalosos de fundo rochoso ou misto. • fácil operação. • eficiente. • padroniza a amostragem em estudos de ambientes de fundo heterogêneo ou em alteração. • diminui o tempo de trabalho no laboratório pela lavagem da amostra em campo.	• necessita de pesos extras em ambientes mais profundos e de forte correnteza. • necessita de adequação do barco, com inserção de pontos de fixação para a bomba, a mangueira e um guincho. • a mangueira pode ocupar muito espaço no barco, uma vez que seu tamanho deve se ajustar à profundidade do ambiente. • equipamento não encontrado no mercado, necessitando de equipe técnica especializada para desenvolvê-lo.
SUBSTRATO ARTIFICIAL	
• padroniza o substrato de coleta. • permite amostragem em locais duros demais para uso de outros amostradores. • a amostra é de fácil processamento analítico. • é de fácil construção e operação. • equipamento de baixo custo.	• o tempo de colonização dos organismos é espacial e temporalmente variável. Por isso, exige um estudo prévio de tempo de colonização dos organismos para cada ambiente em que o equipamento for empregado. • exige duas viagens a campo (instalação e retirada). • só reflete as condições do ambiente no período de colonização. • é seletivo para alguns organismos, favorecendo a coleta de insetos. Consequentemente, não retrata a estrutura da comunidade bentônica do local de amostragem. • é frequente a perda de amostras por vandalismo ou inundações no local.

EQUIPAMENTO	AMBIENTE	USO
PEGADORES		
Flutuador com lâminas	• rios, riachos e margens de reservatórios.	
SUBSTRATO NATURAL		
Perifitômetro	• água doce – rios rasos com rochas.	• em substrato consolidado. • serve para amostragem quantitativa e qualitativa da comunidade perifítica.

Tabela 5.1. Principais características de alguns amostradores de sedimento, comunidades bentônicas e perifíticas.

VANTAGENS	DESVANTAGENS
PEGADORES	
• padroniza o substrato de coleta. • a amostra é de fácil processamento analítico. • é de fácil construção e operação. • é um equipamento de baixo custo.	• o tempo de colonização dos organismos é espacial e temporalmente variável. Por isso, exige um estudo prévio de tempo de colonização dos organismos para cada ambiente em que o equipamento for empregado. • exige duas viagens a campo (instalação e retirada). • só reflete as condições do ambiente no período de colonização. • é seletivo para alguns organismos e favorece o estudo de diatomáceas. Consequentemente, não retrata a estrutura da comunidade perifítica do local de amostragem. • é frequente a perda de amostras por vandalismo ou inundações no local.
SUBSTRATO NATURAL	
• permite padronização da área amostral. • é de fácil manipulação. • é um equipamento de fácil confecção e custo relativamente baixo.	• tem uso limitado a determinados hábitats: rios rasos, com rochas. • demanda cuidados especiais na limpeza da escova, borrachas e mangueiras antes do uso entre diferentes locais de coleta. • não há padronização de superfície do substrato.

5.6 Amostradores de Nécton

Existe uma variedade muito grande de amostradores de nécton para fins científicos (estudos de comunidades, de taxonomia, bioacumulação, etc.) e a escolha do equipamento depende de diversos fatores, tais como: características do ambiente (rio, reservatório, etc.), objetivos de estudo, estrutura da comunidade nectônica do local e época do ano. É uma amostragem que envolve vários técnicos e geralmente se estende por muitos dias, o que torna necessário um planejamento detalhado, considerando a disponibilidade de pessoal, recursos materiais e financeiros. Desta forma, antes de definir os procedimentos de amostragem de nécton, composto majoritariamente por peixes, é necessário consultar o Capítulo 6.

Os amostradores de nécton podem ser passivos ou ativos. Amostradores passivos são fixos ou estacionários, como anzol, espinhel, armadilha, rede de espera, etc. Amostradores ativos são móveis, como as redes de deriva (rede de lance) e de arrasto e tarrafas. A captura com os amostradores passivos depende do movimento dos peixes em relação ao aparelho, enquanto nos ativos, os peixes são capturados a partir do movimento do amostrador. Amostradores como anzol, espinhel e armadilhas dependem não só do movimento como também do comportamento do peixe em relação à isca utilizada. Quando do uso de redes, a escolha do tamanho das malhas (abertura entre nós) dependerá dos organismos e dos ambientes a que são destinadas.

Outros recursos podem ser utilizados na coleta de amostras ictiológicas científicas, como por exemplo: drogas (como o timbó), arpões e aparelhos para realização de pesca elétrica. A seguir são listados alguns dos equipamentos mais utilizados na pesca científica para amostragem da comunidade nectônica. É importante destacar a necessidade de atender a legislação específica em vigor que rege esta atividade.

5.6.1 Aparelhos de Pesca Passivos

5.6.1.1 Rede de Espera

A rede de espera sem o emprego de isca é muito utilizada para a amostragem de peixes, pode ser empregada em diversos ambientes, e sua disposição na massa liquida é no plano vertical. Também conhecida como rede de poita, pode ser armada na superfície, meio e fundo. Consiste basicamente em uma malha retangular, de comprimento e altura variáveis, presa a um cordel superior no qual estão dispostas as boias a intervalos regulares (tralha de boias) (Figs. 5.34, 5.35 e 5.36). Na parte inferior há um cordel com pesos a intervalos regulares (tralha de chumbo). Na rede de superfície, a tralha de boias deve apresentar poder de flutuação suficiente para sustentar o peso da panagem e a tralha de chumbo (lastro de baixo peso) e a rede deve ser presa a uma boia ancorada ou na margem.

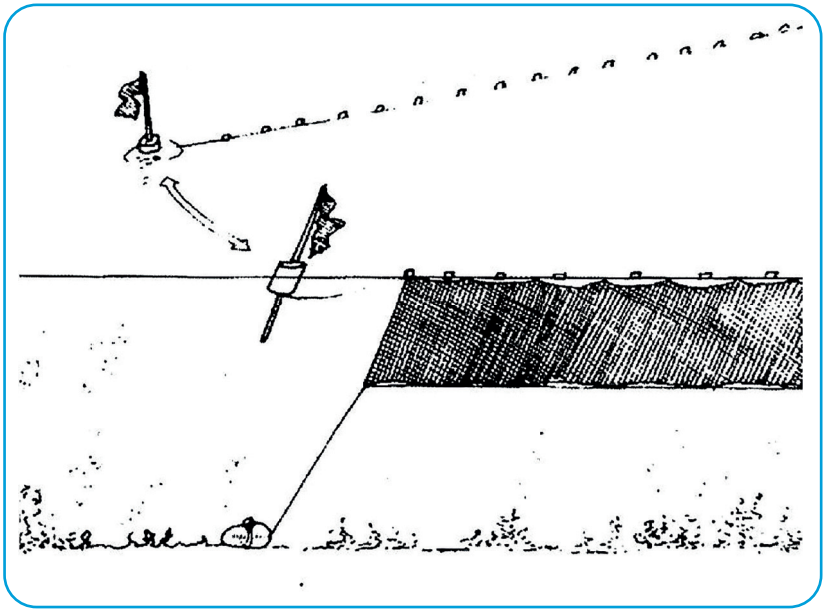


Figura 5.34. Rede de espera de superfície.
Fonte: CETESB, 1988.



Figura 5.35. Rede de espera armada.

Foto: Adriana C. C. R. de Deus/Banco de imagens CETESB.



Figura 5.36. Retirada da rede de espera.

Foto: Adriana C. C. R. de Deus/Banco de imagens CETESB.

Variações no peso e na tralha de chumbo permitem a disposição da rede no meio da coluna d'água ou ancorada no fundo. Assim, a rede de espera de fundo (Fig. 5.37) deve ter lastros mais pesados e boias menores. As extremidades dos cabos de boia e da rede são presas na margem ou a uma boia demarcada na superfície da água, por meio de um cabo suficientemente resistente para permitir a retirada da rede. Há também redes de espera com duas ou mais panagens diferentes sobrepostas, presas a um único cordel de boias e de chumbada, como a rede feiticeira (ou de tresmalho).

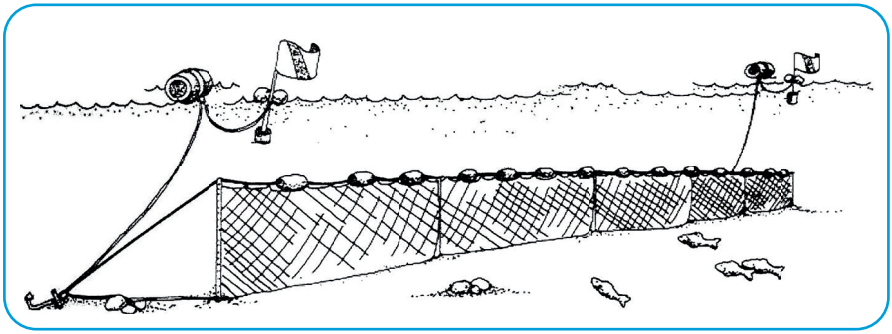


Figura 5.37. Rede de espera ancorada no fundo.
Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB..

5.6.1.2 Espinhel ou Linhada

Há uma grande variedade de espinhéis e, basicamente, são constituídos de uma linha mestra ao longo da qual se aplicam linhas secundárias com anzóis. A quantidade de linhas secundárias e o tipo de anzol vão depender das espécies de peixes a serem capturadas. O espinhel de superfície possui boias ao longo da linha mestra, sendo suas extremidades presas a boias separadas e ancoradas ou presas em troncos, pedras ou qualquer outro suporte; o espinhel de fundo não apresenta boias ao longo da linha mestra (Fig. 5.38).

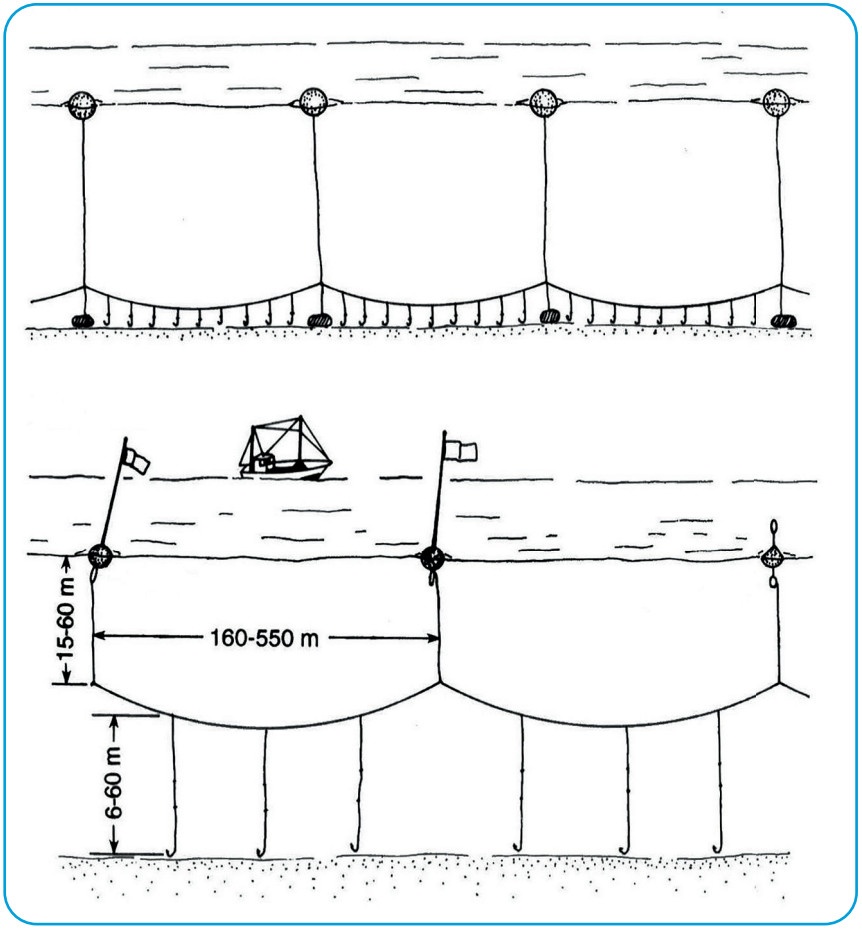


Figura 5.38. Exemplos de espinhéis.

Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB..

5.6.1.3 Caniço ou Vara de Pesca

Esse mecanismo de pesca é constituído de uma vara de bambu e uma linha de náilon resistente, com ou sem boia, e anzol na extremidade com isca viva ou artificial. Esse tipo de pesca pode ser realizado com uso de embarcação ou não (Fig. 5.39).



Figura 5.39. Caniço ou vara de pesca.
Foto: Adriana C. C. R. de Deus/Banco de imagens CETESB.

5.6.1.4 Curral (Rede de Estacas ou Cerco)

Constitui-se de um cerco geralmente feito de taquaras trançadas, fixado no substrato por meio de estacas, onde existe apenas uma abertura que permite a entrada do peixe, mas não a sua saída. Por isso, é importante garantir que a parede do curral tenha altura suficiente para permanecer sempre acima do nível da água (para que possa ser feita a vistoria e coleta dos organismos) e trama bem fechada (para impedir a fuga dos peixes) (Fig. 5.40).



Figura 5.40. Curral.
Foto: CETESB, 1988/Banco de imagens CETESB.

5.6.1.5 Cesto ou Canastra

Armadilha de forma variável, podendo ser cônica, côncava ou em fundo de saco. Sua confecção também é variável, podendo ser de taquara trançada, arame trançado ou aros de arame recobertos de malhagem de algodão (Figs. 5.41 e 5.42).



Figura 5.41. Cesto ou canastra.
Foto: Adriana C. C. R. de Deus/Banco de imagens CETESB.

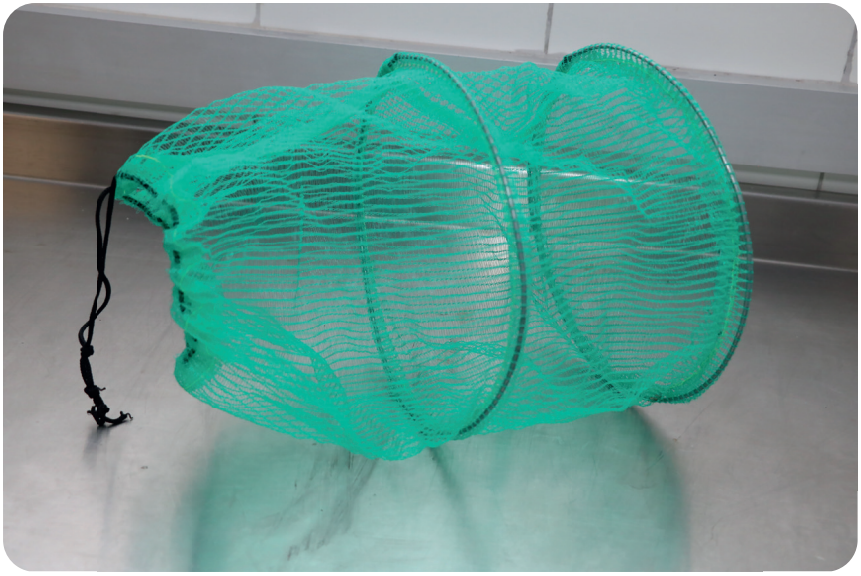


Figura 5.42. Cesto ou canastra.
Foto: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

5.6.1.6 Covo

Tipo de armadilha, de forma cilíndrica ou cônica, que permite a entrada do peixe, mas não a saída, podendo ser usado com ou sem isca. A entrada do covo é de forma cônica, com o vértice voltado para o interior, sendo flexível de modo a permitir a entrada do peixe. Na sua confecção emprega-se tela metálica, arame, taquara ou arame revestido de malha de náilon, algodão, etc. (Fig. 5.43).

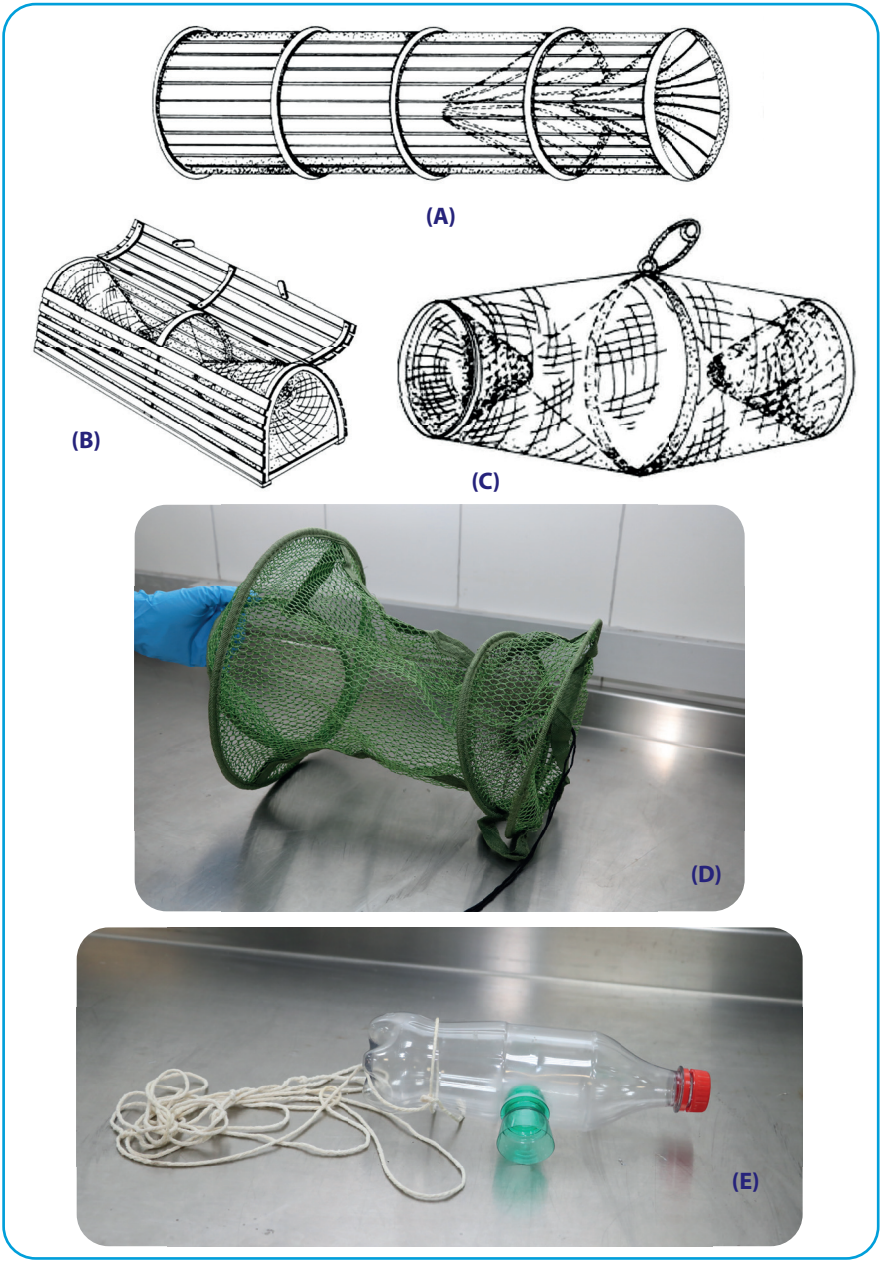


Figura 5.43. Diferentes armadilhas do tipo "covo": (A) Armadilha de forma cilíndrica; (B) Armadilha para pesca da lagosta; (C e D) Armadilha para peixes de pequeno porte em rios; (E) Covo artesanal em PET.
Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão (A, B e C) e José Jorge Neto (D e E)/ Banco de imagens CETESB.

A confecção de covos a partir de garrafas *PET* é um recurso muito utilizado devido ao baixo custo e grande variedade de tamanhos de armadilhas que podem ser confeccionadas. Novos formatos de armadilhas podem ser encontrados no mercado, mas o mecanismo de entrada do peixe permanece o mesmo.

5.6.2 Aparelhos de Pesca Ativos

5.6.2.1 Rede de Lance

Empregada principalmente para amostragem de peixes em corredeiras suaves e sem obstáculos, e em braços de estuário.

É também chamada de rede de deriva, pois é lançada no corpo d'água e acompanhada pela embarcação. Semelhante à rede de espera, consta de um único pano, mas o cordel inferior apresenta lastro de pesos menores e não usa poita nem boias ancoradas. Nas extremidades da rede são colocados flutuadores que servem de guia e fazem com que ela permaneça aberta durante o trajeto.

5.6.2.2 Rede de Arrasto

Constituída de panagem inteira ou de duas partes. Na parte superior são colocadas boias e na inferior, as chumbadas. As extremidades superiores e inferiores de cada lado da rede são amarradas a hastes laterais de madeira. Em locais pouco profundos, o arrasto pode ser feito diretamente pelas hastes, enquanto em locais de maior profundidade e correnteza, onde é necessária a utilização de embarcação, uma corda de tração pode ser presa em cada uma das extremidades das hastes (Figs. 5.44 e 5.45).

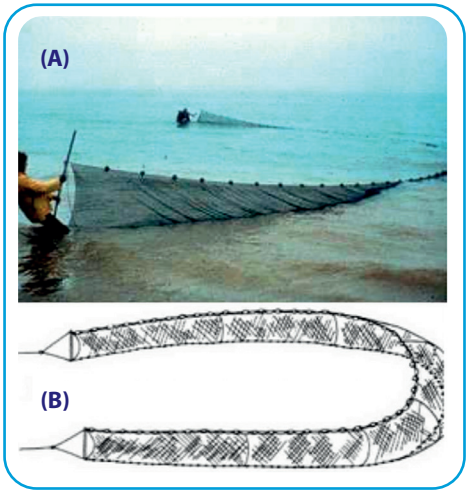


Figura 5.44. Rede de arrasto manual: (A) Foto da rede de arrasto manual em operação; (B) Esquema da rede de arrasto manual.

Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB..

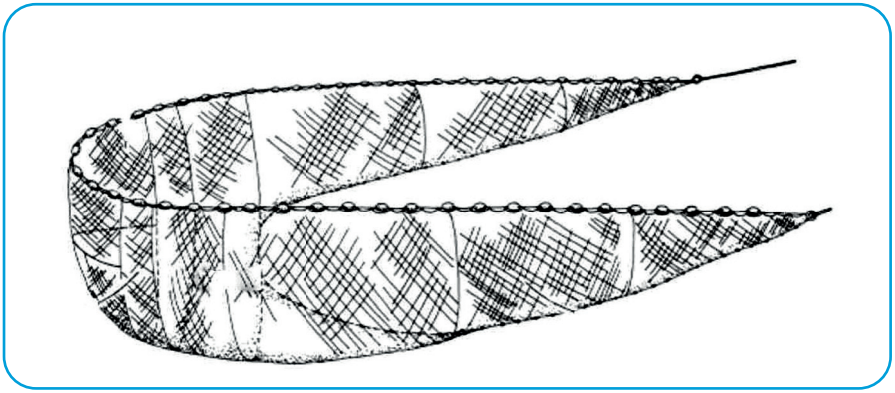


Figura 5.45. Rede de arrasto por embarcação.

Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB..

5.6.2.3 Rede de Saco

Consta de um pano de confecção semelhante ao da rede de espera. No seu centro forma-se um saco semelhante a um coador, com malha de diâmetro maior que o das extremidades. A sua fixação se faz como a da rede de espera (Fig. 5.46).

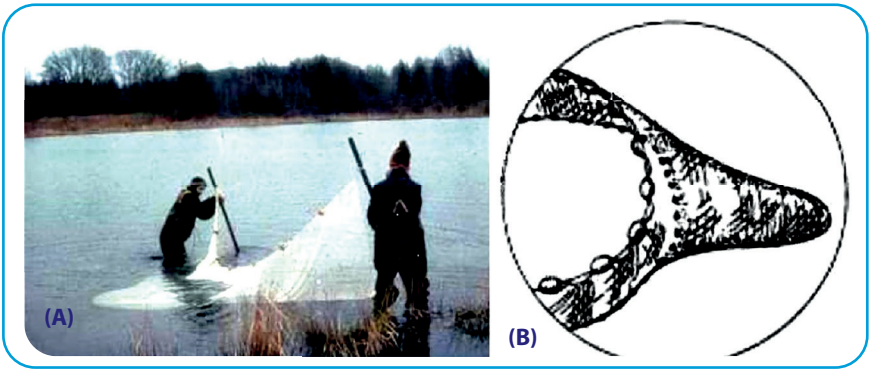


Figura 5.46. Rede de arrasto manual do tipo saco: (A) Foto da rede de arrasto manual tipo saco em operação; (B) Esquema do detalhe do saco.

Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB..

5.6.2.4 Tarrafa

Empregada em locais de pouca profundidade, consta de uma rede de forma cônica, presa pelo vértice a um cabo, e cuja base circular é provida de tralha de chumbo, destinada ao fechamento do aparelho quando o cabo é tracionado. O seu lançamento é feito de modo que possa se abrir no ar, atingindo a superfície da água na maior área possível e afundando rapidamente em virtude da tralha de chumbo (Fig. 5.47).

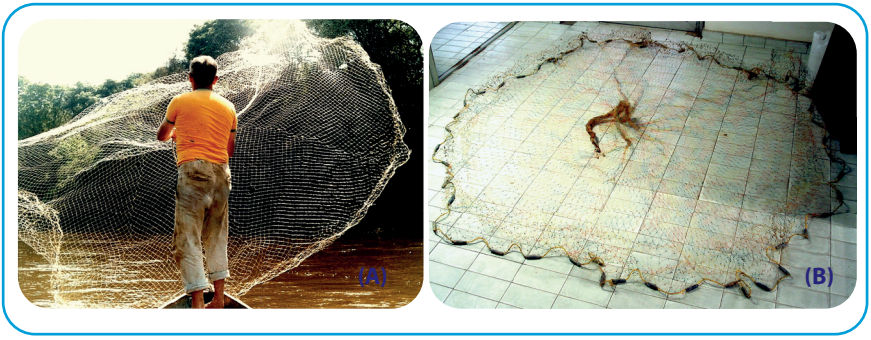


Figura 5.47. Tarrafa: (A) Tarrafa em uso; (B) Vista superior da tarrafa.

Fotos: (A) CETESB, 1988; (B) Adriana C. C. R. de Deus/Banco de imagens CETESB.

5.6.2.5 *Linha de Arrasto (Corrico)*

Consta de uma linha resistente com anzol e isca artificial, usada com o barco em movimento.

5.6.2.6 *Puçá ou Coador*

É um aparelho geralmente utilizado para recolhimento de espécimes durante atividades de pesca ou em episódios de mortandade de organismos aquáticos e é constituído de um círculo de metal ao qual se prende uma rede afunilada de tamanho variado. O círculo de metal é preso a um cabo de bambu, madeira ou a um cordel. (Fig. 5.48).



Figura 5.48. Puçá: (A) Vista lateral; (B) Equipamento em uso.

Fotos: (A) Adriana C. C. R. de Deus/CETESB; (B) *American Fisheries Society* – Foto utilizada com permissão/ Banco de imagens CETESB.

5.6.2.7 *Pesca Elétrica*

A pesca elétrica é um método de amostragem empregado para fins científicos. Esse tipo de coleta é normalmente utilizado em ambientes de águas rasas. A pesca elétrica pode ser empregada a partir de embarcação preparada para esse fim ou por meio de aparelhagem adaptada para uso móvel, tipo mochila (Fig. 5.49). Independentemente do equipamento a ser empregado, devem ser observadas as medidas de segurança necessárias para coleta em campo, principalmente as relativas aos riscos inerentes a descargas elétricas.



Figura 5.49. Pesca elétrica com aparelhagem do tipo móvel (mochila).
Fonte: *American Fisheries Society* – Esquema utilizado com permissão/Banco de imagens CETESB.

5.7 Amostradores Automáticos

Os amostradores automáticos são equipamentos, fixos ou portáteis, que possuem um sistema de captura e um compartimento fechado para o armazenamento das amostras coletadas (Fig. 5.50).

Os sistemas de bombeamento para captura das amostras podem ser baseados em diversas tecnologias, como bombas de vácuo por peristaltia, por meio de êmbolo em linha ou usando sistemas de bomba externa.

É importante na escolha do equipamento que seja verificada a compatibilidade do amostrador automático com os requisitos de armazenamento e preservação de amostras, como tipo de frascaria e necessidade de refrigeração. Os objetivos do projeto serão determinantes para seleção das estratégias de coleta de amostras, de forma que o equipamento utilizado deve atendê-las. Nesse contexto, deve-se

verificar a disponibilidade de recursos como coleta em função do tempo, coleta em função da vazão, coleta em frasco único ou múltiplos, coleta em função de eventos críticos, etc.

Normalmente o uso desses amostradores é uma escolha para campanhas que envolvem longos períodos de coleta, de horas até dias, uma vez que a disponibilidade de técnicos para esse tipo de atividade pode ser um fator limitante. Além dos recursos disponíveis, a escolha do equipamento mais adequado deve levar em conta a facilidade de manuseio, disponibilidade de manual com linguagem acessível e confecção em material adequado para os analitos de interesse.

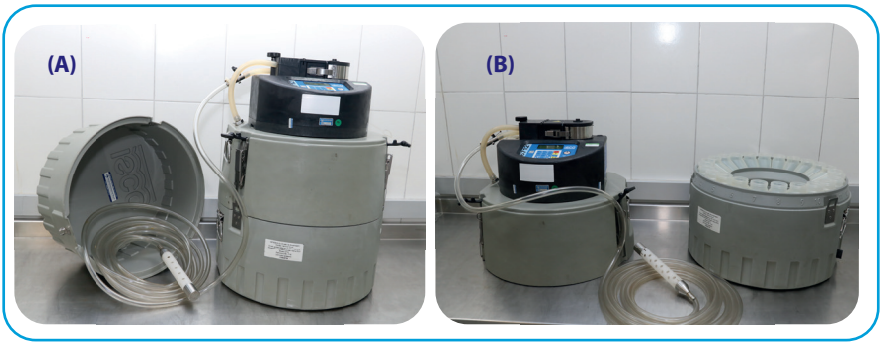


Figura 5.50. Tipo de amostrador automático utilizado em coletas de água e efluente: (A) Visão geral; (B) Equipamento aberto, vista dos diversos frascos de coleta.

Foto: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

5.8 Manutenção e Cuidados com os Equipamentos

Os equipamentos de coleta devem ser lavados com água limpa, com ou sem jatos fortes, após a sua utilização. Se necessário, lavar com uma solução suave de detergente neutro afosfatado e deixá-los secando à sombra. Devem ser armazenados em local adequado, longe de equipamentos que possam danificá-los e protegidos de possíveis fontes de contaminação. Durante o transporte, devem ser acondicionados em embalagens apropriadas.

É importante que os procedimentos de lavagem para cada tipo de equipamento sejam validados levando em consideração os analitos ou características a serem analisados, os métodos de ensaio e as concentrações mínimas de interesse. Uma das formas de se avaliar esses protocolos de lavagem é a utilização de brancos de equipamento (ver Capítulo 4).

No caso de equipamentos com malha, como as redes de coleta, deve-se sempre avaliar a integridade do tecido ou trama antes e durante sua utilização em campo.



CAPÍTULO 6

AMOSTRAGEM DE ÁGUA BRUTA SUPERFICIAL, SEDIMENTOS E EFLUENTES LÍQUIDOS

6. AMOSTRAGEM DE ÁGUA BRUTA SUPERFICIAL, SEDIMENTOS E EFLUENTES LÍQUIDOS

Em um estudo básico de avaliação da qualidade das águas e do sedimento deve-se levar em consideração os seus usos preponderantes. De uma maneira geral, a amostragem em rios, riachos e pequenos cursos d'água é feita a montante e a jusante das fontes poluidoras, quando essas existem. Dependendo do objetivo do estudo, pode-se adicionar pontos de coleta para avaliar o grau de poluição ou assimilação de carga orgânica ao longo do trecho avaliado, por exemplo. Convém evitar a coleta de amostras em áreas onde possa ocorrer estagnação da água e em locais próximos à margem interna das curvas, exceto para a coleta de sedimentos e organismos bentônicos. Para outros detalhes a respeito de planejamento de amostragem, consultar Capítulo 3.

Para cursos d'água maiores deve-se levar em consideração a existência e o grau de mistura dos lançamentos (afluentes e efluentes) no corpo receptor, tanto lateral (de uma margem à outra) como verticalmente (da superfície ao fundo). A mistura na direção lateral muitas vezes ocorre mais lentamente que a mistura na direção vertical. Por outro lado, deve-se considerar que a água do corpo principal pode adentrar o tributário, ou vice-versa, pela superfície ou pelo fundo, devido à diferença de densidade causada pela temperatura, sais dissolvidos ou turbidez. Para se obter uma amostra representativa, essas possibilidades devem ser avaliadas durante o período de caracterização ou monitoramento, realizando coleta de amostras em pontos múltiplos ao longo do eixo transversal (Fig. 6.1) ou vertical do corpo d'água quando não houver certeza da completa mistura.

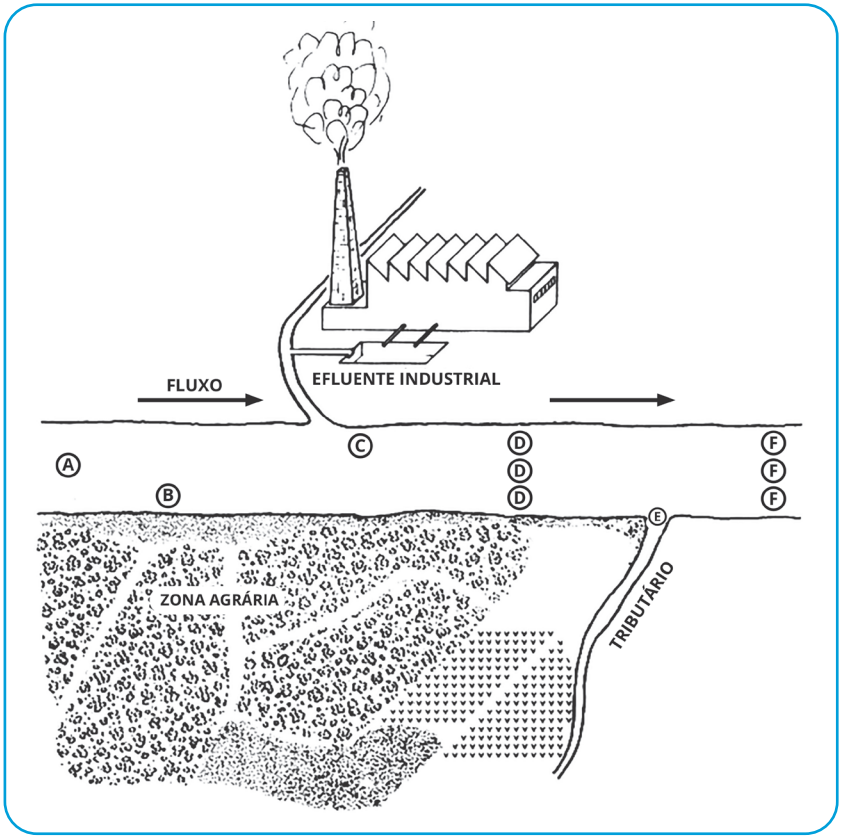


Figura 6.1. Localização genérica de pontos de coleta de água superficial em grandes cursos de água: (A) Controle na região superior da área em estudo (referência ou *background*); (B) Monitoramento de fontes poluidoras não pontuais (exemplo: poluição agrícola); (C) Amostragem de descargas poluidoras no ponto de seu lançamento no corpo receptor; (D) Pontos múltiplos a jusante dos lançamentos, para verificar a sua mistura no sentido lateral; (E) Amostragem em tributários, na área de sua desembocadura no corpo receptor em estudo (no esquema, o monitoramento a montante do tributário é obtido por meio da amostragem em D); (F) Monitoramento a jusante do tributário, após sua mistura no corpo.

Fonte: CETESB, 1988.

A não ser que sejam necessárias informações sobre a qualidade da água durante o período chuvoso, a coleta poderá ser suspensa durante ou logo após fortes chuvas, pois pode ocorrer aumento significativo da vazão do curso d'água. No caso dos estudos que necessitem de informações sazonais, a amostragem deve ter continuidade e mesmo os dados obtidos no período de chuvas poderão ser englobados aos demais.

A programação de amostragem depende não só dos usos da água (recreação, aquicultura, geração de energia, agricultura, indústria, esgotamento sanitário, drenagem pluvial e abastecimento público), como também dos objetivos do estudo, tais como: taxa de sedimentação, dispersão e degradação de poluentes orgânicos, distribuição e comportamento de metais e agrotóxicos, eutrofização e carga de nutrientes, estudos ictiofaunísticos, entre outros. Cada caso requer uma metodologia específica, tanto de coleta quanto de ensaios e interpretação de dados.

Para definição dos ensaios a serem realizados nas águas superficiais (bruta) e sedimento e o enquadramento dos corpos d´água em classes de qualidade e os respectivos usos previstos, é fundamental manter-se atualizado, consultando a legislação vigente nos *sites* das instituições responsáveis pela sua elaboração e/ou homologação, como ANA (Agência Nacional de Águas), ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), MS (Ministério da Saúde), CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente), IBAMA (Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis), Secretarias do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis de cada estado, e critérios internacionais adotados pela OMS (Organização Mundial de Saúde), USEPA (Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos), *Environment Canada*, Comunidade Europeia, entre outros.

Nas coletas de uma forma geral recomenda-se, quando aplicável, que:

- A coleta de água seja realizada antes da coleta de sedimentos;
- A água de superfície seja coletada antes da amostra em profundidade;
- A ordem de preenchimento dos frascos seja definida com base na sensibilidade do analito, ou características de interesse, na contaminação e/ou degradação considerando sempre as diferentes naturezas de amostras.

É importante lembrar que, neste Guia, é considerada como água de superfície os primeiros 30 cm da lâmina d'água e água em profundidade aquela coletada na coluna d'água abaixo dos 30 cm superficiais até 1 m acima do fundo.

Para que sejam evitados problemas de contaminação cruzada sugere-se a utilização de materiais diferentes para cada ponto de coleta, como por exemplo balde e corda. Caso isto não seja possível, esses materiais devem ser lavados em campo com água reagente e ambientados, ou seja, enxaguados com água do local a ser amostrado.

Sugere-se a utilização de equipamentos de coleta confeccionados em aço inox AISI 316L polido, sempre que aplicável, devido ao menor risco de contaminação para maioria dos analitos de interesse. Todo equipamento deve estar isento de contaminantes e interferentes, por isso o laboratório de coleta deve estabelecer o(s) procedimento(s) de lavagem que garantam a limpeza adequada. A validação desses processos pode ser realizada com base em brancos de equipamento (consultar Capítulo 4).

A seguir, serão considerados os procedimentos para a coleta de amostras em água bruta (camada superficial e em profundidade), sedimento e efluentes líquidos para os diversos ensaios. A preservação, tipo de recipiente, volume requerido e prazo de validade da amostra estão descritos no Apêndice A.

6.1 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios em Água Bruta Superficial

Os procedimentos para coleta e preservação de amostras estão intimamente relacionados com a natureza dos analitos e/ou características de interesse e também com as metodologias dos ensaios subsequentes. Neste item, serão abordadas instruções e recomendações para coletas dos principais grupos de ensaios comumente utilizados para diagnósticos e monitoramentos ambientais: ensaios químicos, bioanalíticos, toxicológicos, microbiológicos, ensaios para determi-

nação de mutagenicidade e ensaios relacionados com comunidades biológicas.

Na prática, as campanhas de amostragem costumam envolver coleta de amostras para vários desses ensaios em um mesmo ponto de coleta, de forma que o volume total de amostra necessário tem como consequência a demanda de mais de uma tomada de amostra para o preenchimento dos diversos frascos. Deve-se, então, elaborar estratégias de coleta que garantam a homogeneidade das amostras, com especial atenção para amostras contendo partículas não dissolvidas e para determinação de analitos que possam estar aderidos a esses materiais.

Por exemplo, a coleta deve ser realizada com o equipamento adequado e, a cada tomada de amostra, o volume deve ser distribuído nos diversos frascos proporcionalmente aos seus volumes (a não ser que algum ensaio específico recomende o contrário, como será comentado em alguns itens desse capítulo). Durante esse procedimento, a amostra contida no equipamento de coleta deve ser homogeneizada por meio de movimentos suaves ou com o uso de baguetas que devem estar limpas e secas para não contaminar a amostra. Em complemento, o preenchimento dos frascos destinados para ensaios em que existe dependência de materiais não dissolvidos (como metais e fósforo totais) pode ser realizado com prioridade. Uma das formas de demonstrar a eficiência da estratégia escolhida em termos de homogeneidade da amostra é por meio da avaliação de duplicatas de campo (ver Capítulo 4).

6.1.1 *Químicos (Exceto Metais Dissolvidos e Carbono Orgânico Dissolvido)*

Procedimento de coleta para ensaios químicos em águas de superfície

- Encher o balde de aço inox ou a garrafa de fluxo horizontal e distribuir seu volume proporcionalmente nos diversos frascos, como forma de garantir a homogeneidade da amostra (Fig. 6.2);
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios, tomando-se o cuidado de manter um espaço vazio no frasco para sua posterior homogeneização sempre que necessário (consultar Apêndice A);
- No caso de amostras que não podem sofrer aeração (oxigênio dissolvido, sulfeto e compostos orgânicos voláteis), o batiscafo deverá ser empregado preferencialmente (Fig. 6.3). No caso de coleta para oxigênio dissolvido, pode-se utilizar a garrafa a partir da introdução da mangueira estrangulada até o fundo do recipiente, liberando-se lentamente o regulador de fluxo da mangueira e deixando-se extravasar duas vezes, ou mais, o volume do frasco, não deixando espaço vazio;
- Efetuar as preservações requeridas (Fig. 6.4);
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração (quando necessário), para transporte.

NOTA: Uma alternativa de coleta para ensaios sensíveis à aeração, na indisponibilidade de batiscafo, é a transferência cuidadosa da amostra do balde para o frasco, escorrendo-a pela parede do mesmo.



Figura 6.2. Coleta de amostras de água superficial: (A) Disposição dos frascos com identificação; (B) Distribuição da amostra em todos os frascos; (C) Frascos preenchidos com amostra.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.3. Coleta de amostras de água superficial para análise de OD: (A) Batiscafo; (B) Fechamento do frasco de OD.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.4. Procedimento de preservação de amostra: (A) Adição de ácido nítrico 1+1 para preservação de metais; (B) Adição de acetato de zinco para preservação de sulfeto.

Fotos: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

Procedimento de coleta para ensaios químicos em águas de profundidade

- Coletar com garrafa de profundidade no estrato de interesse. É importante que o equipamento não promova a suspensão do sedimento; para tanto, recomenda-se a coleta de água até 1 m acima do fundo, exceto quando o estrato abaixo de 1 m acima do fundo for de interesse (Fig. 6.5);
- Desprezar a água contida na mangueira;
- Distribuir seu volume proporcionalmente nos diversos frascos, como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário, tomando-se o cuidado de manter um espaço vazio para sua posterior homogeneização sempre que necessário (consultar Apêndice A). No caso de coleta para oxigênio dissolvido, pode-se utilizar a garrafa, a partir da introdução da mangueira que deve ser introduzida estrangulada até o fundo do recipiente, liberando-se lentamente o regulador de fluxo da mangueira e deixando-se extravasar duas vezes, ou mais, o volume do frasco, não deixando espaço vazio;
- Efetuar as preservações requeridas (Fig. 6.4);
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração (quando necessário), para transporte.

NOTA: Uma alternativa de coleta para ensaios sensíveis à aeração e também à contaminação, deve-se estrangular a mangueira da garrafa para diminuir o fluxo de liberação de amostra e transferir o volume de amostra escorrendo-a lentamente pela parede do frasco de coleta.

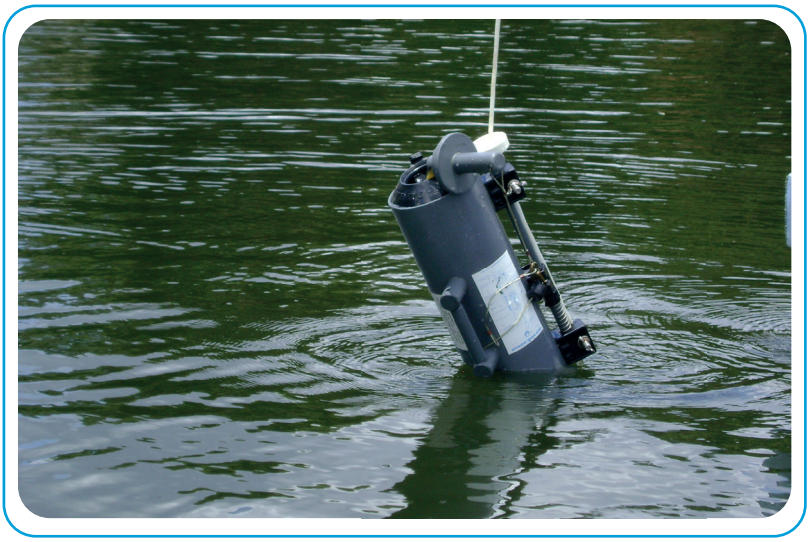


Figura 6.5. Coleta de amostra em profundidade com garrafa do tipo Niskin de fluxo vertical.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

6.1.2 *Metais Dissolvidos e Carbono Orgânico Dissolvido*

Para os ensaios de metais dissolvidos e carbono orgânico dissolvido, a amostra deve ser filtrada em campo. A água filtrada é a que será encaminhada para o ensaio. No caso de metais dissolvidos, a unidade filtrante deve passar por um pré-condicionamento antes da filtragem, como forma de prepará-la para receber a amostra (APHA; AWWA; WEF, 2023).

Devem ser utilizadas seringa estéril e unidade filtrante descartáveis para cada ponto de coleta (Fig. 6.6). A filtragem da amostra também pode ser realizada por meio de bomba de vácuo manual ou movida a gerador de eletricidade.

Procedimento para o pré-condicionamento da unidade filtrante

- Encher uma seringa estéril com água reagente;
- Conectar uma unidade filtrante de 0,45 µm (filtro) na seringa;
- Passar um volume de 50 mL de água reagente pelo filtro.

Procedimento de coleta para ensaios de metais dissolvidos e carbono orgânico dissolvido em águas de superfície

- Coletar a amostra de água do local com auxílio de um balde inox ou de uma garrafa de fluxo horizontal;
- Encher a seringa com a amostra coletada, preenchendo todo o seu volume;
- Conectar o filtro à ponta da seringa. No caso de metais dissolvidos, é necessário pré-condicionar o filtro;
- Pressionar o êmbolo da seringa e recolher a amostra filtrada em frasco de coleta apropriado (Apêndice A);
- Repetir o procedimento até obter o volume necessário para o ensaio;
- Caso ocorra saturação do filtro, substituí-lo por outro e completar o volume necessário para o ensaio;
- Efetuar as preservações requeridas;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

Procedimento de coleta para ensaios de metais dissolvidos e carbono orgânico dissolvido em águas de profundidade

- Coletar a amostra referente ao estrato de interesse com garrafa de profundidade;
- Desprezar a água contida na mangueira;
- Transferir a amostra da garrafa para um balde de aço inox;
- Retirar uma alíquota com a seringa, preenchendo todo o seu volume;
- Conectar o filtro à ponta da seringa. No caso de metais dissolvidos, é necessário pré-condicionar o filtro;
- Pressionar o êmbolo da seringa e recolher a amostra filtrada em frasco de coleta apropriado (Apêndice A);
- Repetir o procedimento até obter o volume necessário para o ensaio;
- Caso ocorra saturação do filtro, substituí-lo por outro e completar o volume necessário para o ensaio;
- Efetuar as preservações requeridas;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

NOTA: Alternativamente, a alíquota de amostra pode ser retirada diretamente da garrada de profundidade.

Fique atento!

Caso não seja possível realizar a filtração em campo, a amostra sem preservação deve ser encaminhada sem demora ao laboratório para que seja filtrada e preservada o mais rápido possível ou conforme prazo estipulado em metodologia validada.



Figura 6.6. Filtração em campo de amostra para metais dissolvidos.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

6.1.3 Ensaios Bioanalíticos

A bioanalítica tornou-se um ramo das ciências ambientais em rápido desenvolvimento e tem sido usada com sucesso para monitorar e avaliar a qualidade do meio ambiente. Uma ampla gama de ferramentas pode ser utilizada em estudos bioanalíticos, sendo os bioensaios uma delas.

Os bioensaios são procedimentos experimentais conduzidos para estimar os efeitos biológicos produzidos por uma substância, ou mistura de substâncias, sobre organismos ou ecossistemas e também podem ser usados para determinar a concentração de uma constituição particular de uma mistura que pode causar efeitos nocivos. Podem ser classificados como *in vivo*, quando realizados em organismos vivos, ou *in vitro* quando realizados em células, proteínas ou enzimas.

Os ensaios bioanalíticos são bioensaios *in vitro* e têm sido cada vez mais aplicados e reconhecidos como adequados para triagem de contaminantes químicos, ou grupo de contaminantes, e na avaliação de misturas complexas com base em sua ação biológica. São considerados boas ferramentas devido à sua fácil aplicação, rápida execução, relativo baixo custo, apresentarem respostas sensíveis e possibilidade de serem miniaturizados.

Dois exemplos de ensaios bioanalíticos bastante utilizados são os testes CALUX® (*Chemical Activated Luciferase Gene Expression*), com variações que permitem a detecção de diversas classes de compostos, como glicocorticoides, PFAS (ácidos polifruoralquilados), compostos *dioxin-like*, entre outros, e BLYES (*Bioluminescent Yeast Estrogen Screen*) utilizado para detectar hormônios estrógenos.

Esses tipos de ensaio podem ser empregados para variadas matrizes ambientais, como águas e sedimento, e os procedimentos de coleta são os mesmos empregados para análises químicas. Os volumes, tipos de frascos e prazos de validade podem variar conforme o tipo de ensaio e grupo de compostos a serem avaliados. O Apêndice A apresenta algumas informações referentes aos ensaios CALUX® e BLYES.

6.1.4 Ecotoxicológicos

Ensaios ecotoxicológicos são procedimentos nos quais organismos aquáticos são expostos à amostra ambiental, efluentes líquidos ou substâncias químicas (isoladas ou em misturas), por determinado período de tempo, para a observação de efeitos adversos a esses organis-

mos. Os efeitos observados podem estar relacionados às substâncias/contaminantes biodisponíveis presentes nas amostras testadas.

No ensaio em laboratório, os organismos-teste são obtidos de uma população homogênea, com sensibilidade definida, cultivados em laboratório ou coletados em campo. Nesse ensaio, há simulação das condições do meio ambiente (com controle das condições de temperatura, pH e tempo de exposição). Já no ensaio em campo, os organismos cultivados ou coletados são submetidos às condições ambientais locais.

Os efeitos adversos observados (agudos ou crônicos) podem ser expressos de forma qualitativa (não tóxico ou tóxico) ou quantitativa (concentração de efeito).

Nesses ensaios, os organismos-teste são expostos à amostra bruta (água superficial ou sedimento) ou a várias concentrações da amostra em solução (efluente), por um determinado período. Após o período de teste verificam-se os efeitos da amostra em relação a alguns parâmetros biológicos, como mortalidade, crescimento e reprodução, dentre outros. Os organismos de água doce e marinhos mais comumente empregados constam no Apêndice A.

A escolha dos ensaios depende do objetivo do estudo. No caso de atendimento à legislação, recomenda-se utilizar métodos padronizados elaborados pela ABNT (como ABNT, 2021) ou órgão internacional de padronização.

*6.1.5 Toxicidade Aguda com Bactéria **Vibrio fischeri** (Teste Microtox®)*

A bactéria marinha *Vibrio fischeri* emite luz naturalmente em ambientes aquáticos favoráveis. O teste baseia-se em expor a bactéria a uma amostra, durante 15 minutos. Na presença de substâncias tóxicas à bactéria, a luminescência diminui, sendo esta diminuição de intensidade de luz proporcional à toxicidade da amostra.

Os resultados são expressos como concentração efetiva 20 (CE20) (15 minutos), que é a concentração de amostra (em % ou mg/L) que

provoca 20% de redução de emissão de luz emitida pelo *V. fischeri* após um tempo de exposição de 15 minutos. Assim, quanto menor o CE20, mais tóxica é a amostra.

O teste pode ser realizado em amostras de água, sedimento (por meio da avaliação de sua água intersticial), solo e efluentes, entre outros.

O procedimento adotado para coleta de amostras de água para o ensaio de toxicidade aguda com *Vibrio fischeri* é o mesmo adotado para os ensaios ecotoxicológicos com organismos aquáticos.

Procedimento de coleta para ensaios ecotoxicológicos com organismos aquáticos e Microtox® em águas brutas de superfície

- Encher o balde de aço inox ou a garrafa de amostragem de fluxo horizontal e distribuir seu volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios (consultar Apêndice A);
- No caso do(s) frasco(s) destinado(s) aos ensaios ecotoxicológicos e Microtox®, preencher todo o volume do frasco **sem deixar volume morto**, de maneira a evitar a presença de ar;
- Tampar o frasco, deixá-lo em repouso por alguns minutos e verificar se não existem bolhas de ar no seu interior. Caso haja presença de bolhas, bater levemente nas laterais do frasco, visando o desprendimento das bolhas;
- Completar o volume do frasco, se necessário;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

Procedimento de coleta para ensaios ecotoxicológicos com organismos aquáticos e Microtox® em águas de profundidade

- Coletar com garrafa de profundidade no estrato de interesse. É importante que o equipamento não promova a suspensão do sedimento; para tanto, recomenda-se a coleta de água até 1 m acima do fundo, exceto quando o estrato abaixo de 1 m acima do fundo for de interesse;
- Desprezar a água contida na mangueira;
- Distribuir seu volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário (consultar Apêndice A);
- No caso do(s) frasco(s) destinado(s) aos ensaios ecotoxicológicos, preencher todo o volume do frasco **sem deixar volume morto**, de maneira a evitar a presença de ar;
- Tampar o frasco, deixá-lo em repouso por alguns minutos e verificar se não existem bolhas de ar no seu interior. Caso haja presença de bolhas, bater levemente nas laterais do frasco, visando o desprendimento das bolhas;
- Completar o volume do frasco, se necessário;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

6.1.6 Mutagenicidade com Salmonella/Microssoma (Teste de Ames)

O teste de *Salmonella*/Microssoma é um teste de triagem utilizado para detectar a presença de substâncias genotóxicas em amostras. As substâncias genotóxicas são aquelas capazes de interagir com o material genético produzindo alterações que, se perpetuadas nas células-filhas, são denominadas mutações. Uma resposta positiva para o teste indica que, nas condições do ensaio, há na amostra uma ou mais substâncias capazes de causar mutações no organismo exposto. Em amostras ambientais, raramente um efeito observado é devido à ação de um único composto. Nessas amostras são encontradas misturas complexas compostas de inúmeras substâncias que interagem ou não entre si, podendo modificar as respostas esperadas para cada uma das substâncias isoladamente. Assim, ao se testar a mutagenicidade presente em amostras ambientais, observa-se o efeito da mistura como um todo. Os resultados do teste individualmente, no entanto, não são suficientes para estimar o risco para a saúde dos organismos, mas podem auxiliar na seleção de análises químicas específicas (APHA, AWWA. WEF, 2023).

O ensaio utiliza diferentes linhagens de *Salmonella* Typhimurium na presença e na ausência de ativação metabólica, capazes de detectar compostos que causam mutações, que podem ser induzidas por meio de mecanismos de ação diferentes. O teste foi desenvolvido especificamente para detecção de mutagênese induzida quimicamente e pode ser realizado tanto em amostras líquidas, após esterilização (ISO, 2005), quanto em extratos orgânicos (USEPA, 2018). Há vários procedimentos de extração orgânica; usualmente utiliza-se extração por SPE (do inglês *solid phase extraction* – extração em fase sólida), líquido-líquido ou amostradores passivos.

A presença de compostos genotóxicos/mutagênicos pode ser avaliada em amostras de águas, efluentes, solos, sedimentos, lodos e material particulado. O procedimento adotado para a coleta de águas superficiais e de profundidade empregando balde e amostradores específicos é o mesmo empregado para análises químicas de compostos orgânicos, sem adição de qualquer tipo de preservante (ver Capítulo 6 item 6.1.1) (Fig. 6.7).

As amostras de sedimento são coletadas com pegadores (ver Capítulo 5), em quantidades aproximadas maiores do que 100 g (geralmente 500 g). O acondicionamento deve ser feito em frascos plásticos atóxicos, tomando-se o cuidado de preencher todo o frasco a fim de minimizar processos de oxidação.

Maiores informações relativas a tipos de frascos empregados, armazenamento e preservação das amostras estão detalhadas no Apêndice A.



Figura 6.7. Coleta de amostra com balde de aço inox para Teste de Ames em água superficial.
Foto: Alex Miranda Silva/Banco de imagens CETESB.

6.1.7 Microbiológicos

A contaminação das águas por excretas de origem humana ou animal pode torná-las um veículo na transmissão de agentes de doenças infecciosas. Dessa forma, a vigilância da qualidade microbiológica da água é essencial, sendo requerida pelas legislações aplicadas aos mais diversos usos da água.

Embora métodos para determinação dos microrganismos patogênicos responsáveis pelas doenças de veiculação hídrica estejam disponíveis, essas análises são complexas, demoradas e dispendiosas. Além disso, somente pessoas e animais infectados eliminam esses microrganismos, que podem estar em concentrações extremamente baixas nas amostras de água e requerem métodos de concentração. Por esse motivo, a pesquisa de patógenos é realizada somente em condições específicas, por exemplo, na ocorrência de surtos, em estudos de vigilância epidemiológica ambiental de patógenos, estudos de avaliação de risco microbiológico, entre outras.

Na rotina para monitoramento da água e atendimento às regulamentações de sua qualidade são realizadas análises de microrganismos indicadores de poluição fecal, os quais podem indicar o risco da presença de microrganismos enteropatogênicos.

A análise de indicadores microbianos na água é um método bastante sensível e conveniente para detecção de poluição de origem fecal, não sendo adequada a análise química para esse objetivo. As análises devem ser realizadas com regularidade e frequência, uma vez que a poluição fecal é intermitente e poucas amostragens podem não ser suficientes para detectá-la. Deve-se, portanto, dar preferência a um método simples, ao invés de vários métodos ou um método complexo, embora nem sempre os resultados apresentem uma relação direta com patógenos mais persistentes no ambiente.

Além de fornecer informações sobre a presença de contaminação fecal na água, as análises microbiológicas são úteis para avaliar a eficácia de métodos de tratamento para determinados grupos de microrganismos. Por exemplo, a presença de bacteriófagos pode indicar que os vírus não foram removidos, e a presença de clostrídios sulfito-redutores pode demonstrar a presença de microrganismos mais persistentes. A contagem de bactérias heterotróficas aeróbicas pode fornecer informações sobre a disponibilidade de nutrientes na água que propiciam o crescimento bacteriano, o que pode resultar em problemas estéticos, ou na presença de microrganismos patogênicos oportunistas, tais como *Pseudomonas aeruginosa*, *Legionella* sp. e *Aeromonas* sp. Para esses, existem técnicas específicas de detecção, que não são utilizadas rotineiramente, mas somente quando necessário para resolver problemas relacionados à sua presença.

A coleta de amostras de água para exame microbiológico apresenta técnica diferenciada em água bruta e tratada e deve ser realizada sempre antes da coleta de qualquer outro tipo de ensaio ou determinação de campo, a fim de se evitar o risco de contaminação pelo local de coleta com frascos ou amostradores não estéreis.

O frasco deve ser preparado previamente no laboratório, estéril e conter (a) EDTA em quantidade necessária para complexar metais que possam estar presentes na amostra (por exemplo, cobre), e (b) tiossulfato de sódio, se houver a suspeita da presença de cloro livre (ver Capítulo 3 – Ensaios Microbiológicos). Este frasco não deve ser ambientado e a coleta deve ser pontual a partir de uma única tomada de amostra, ou seja, **a amostra para ensaio microbiológico não deve ser composta**.

Procedimento de coleta para ensaio microbiológico em águas de superfície

- As amostras para análises microbiológicas devem, preferencialmente, ser recolhidas diretamente nos frascos esterilizados que serão enviados para análise;
- Remover a tampa do frasco, juntamente com o papel alumínio protetor, tomando cuidado para evitar a contaminação da amostra pelos dedos das luvas ou outro material;
- Manter a tampa sobre o frasco no momento da coleta a uma distância de aproximadamente 10 cm, para evitar a contaminação da parte interna da tampa ou queda de qualquer material no interior do frasco;
- Encher o frasco com a amostra até aproximadamente ¾ (três quartos) do seu volume, para possibilitar sua homogeneização durante o processo de ensaio no laboratório (Fig. 6.8);
- Fechar imediatamente o frasco, fixando muito bem o papel alumínio protetor em volta da tampa;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.



Figura 6.8. Coleta de amostra de água superficial para análise microbiológica: (A) Com balde de aço inox; (B) Diretamente do corpo d'água.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

Procedimento de coleta para ensaio microbiológico em águas de profundidade

- Coletar com garrafa de profundidade no estrato de interesse. É importante que o equipamento não promova a suspensão do sedimento; para tanto, recomenda-se a coleta de água até 1 m acima do fundo, exceto quando o estrato abaixo de 1 m acima do fundo for de interesse;
- Desprezar a água contida na mangueira;
- No caso da coleta para ensaios microbiológicos, remover a tampa do frasco, juntamente com o papel alumínio protetor, tomando cuidado para evitar sua contaminação pelos dedos das luvas ou outro material;
- Encher o frasco através da mangueira de látex, até aproximadamente ¾ (três quartos) do seu volume, para possibilitar sua homogeneização durante o processo de ensaio no laboratório;
- Manter a tampa sobre o frasco no momento da coleta a uma distância de aproximadamente 10 cm, para evitar a contaminação da parte interna da tampa ou queda de qualquer material no interior do frasco;
- Fechar imediatamente o frasco, fixando muito bem o papel alumínio protetor em volta da tampa;
- Distribuir o volume restante na garrafa, proporcionalmente, nos diversos frascos destinados aos demais ensaios, como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário, (consultar Apêndice A);
- Acondicionar e transportar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração (Fig. 6.9).



Figura 6.9. Acondicionamento e transporte de amostras para análises microbiológicas em caixa térmica sob refrigeração.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

As amostras para ensaios de bactérias patogênicas podem ser obtidas de duas formas distintas: coleta de água do local (observando o preparo da frascaria na coleta para ensaios microbiológicos) ou instalação de uma mecha que, após ser retirada do local, deve ser transportada em meio de transporte Cary e Blair. Orientações para a confecção da mecha e preparo do meio de transporte Cary e Blair encontram-se no Capítulo 3 (Ensaios Microbiológicos).

Procedimento de coleta com mecha (bactérias patogênicas)

- Imergir a mecha no ponto de coleta, amarrando previamente o seu fio de náilon em local seguro;
- Deixar a mecha no local por um período de 48 h ou mais, de acordo com a finalidade do estudo;
- Retirar a mecha, colocando-a em saco plástico esterilizado contendo meio de transporte Cary e Blair (Fig. 6.10);
- Acondicionar e transportar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração.



Figura 6.10. Acondicionamento de amostras (mecha) no meio de transporte Cary e Blair.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

6.1.8 Balneabilidade de Praias

A balneabilidade é a qualidade da água usada especificamente para recreação de contato primário ou banho de mar. Na sua avaliação são utilizados critérios microbiológicos da qualidade da água, que se baseiam nas densidades de microrganismos indicadores de contaminação fecal a serem monitorados. Os valores obtidos são então comparados com padrões preestabelecidos para que sejam verificadas as condições de balneabilidade de um determinado local.

A seleção das praias a serem monitoradas e seus pontos de amostragem deve considerar os diversos fatores que influenciam na sua balneabilidade. Esses pontos são selecionados levando-se em conta a frequência de banhistas, a fisiografia da praia e os riscos de poluição fecal que possam existir. Desse modo, as praias que fazem parte desse tipo de monitoramento geralmente possuem alta frequência de banhistas, além de ocorrência de adensamento urbano próximo que represente potencial fonte de poluição. Praias muito extensas e com ocupação urbana distribuída não homogeneamente podem requerer mais de um ponto de coleta para se avaliar trechos com diferentes fontes de poluição.

As amostras de água para balneabilidade são coletadas no local considerado mais representativo, na região de profundidade aproximada de 1 m, que representa a seção no corpo de água mais utilizada para a recreação. Deve-se também observar certa distância da área de influência de cursos d'água eventualmente contaminados, para que as amostragens sejam representativas das condições de balneabilidade da praia como um todo.

As condições de amostragem têm um importante papel no resultado do monitoramento de balneabilidade e devem ser aquelas consideradas as mais críticas. As coletas devem ser realizadas nos dias de maior afluência do público às praias, geralmente aos domingos, e preferencialmente na maré vazante no caso de águas marinhas, na

qual, em princípio, observa-se maior contribuição e menor diluição dos efluentes.

Recomenda-se que a periodicidade de amostragem das praias seja estabelecida em função da época do ano, frequência de banhistas e do índice de ocupação urbana das regiões próximas à orla. Assim, as praias mais frequentadas devem ser monitoradas semanalmente de acordo com as normas preconizadas pela Resolução CONAMA n. 274 de 2000 (BRASIL, 2000). As praias menos frequentadas e que já passam por um processo de urbanização em suas imediações podem ser avaliadas por meio de monitoramento mensal sem, no entanto, serem classificadas conforme os critérios estabelecidos pela mesma resolução. O acompanhamento da evolução da qualidade dessas praias pode ser realizado em caráter preventivo e, se forem constatados índices indicadores de contaminação fecal em quantidades significativas, o monitoramento deve ser conduzido semanalmente.

Na época de temporada (meses do verão e das férias escolares), pode ser prevista a intensificação do monitoramento para as praias com maiores índices de contaminação.

Procedimento de coleta para ensaios microbiológicos em águas de superfície, para avaliação de balneabilidade das praias interiores e litorâneas

- A coleta deve ser realizada em local com maior frequência de banhistas;
- O técnico deve adentrar na água até à linha de cintura do banhista;
- Remover a tampa do frasco, juntamente com o papel alumínio protetor, tomando cuidado para evitar sua contaminação pelos dedos das luvas ou outro material (Fig. 6.11);
- Manter a tampa sobre o frasco no momento da coleta a uma distância de aproximadamente 10 cm, para evitar a contaminação da parte interna da tampa ou queda de qualquer outro material no interior do frasco;
- Encher o frasco com a amostra até aproximadamente ¾ (três quartos) do seu volume, para possibilitar sua homogeneização durante o ensaio no laboratório;
- Fechar imediatamente o frasco, fixando muito bem o papel alumínio protetor em volta da tampa;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.



Figura 6.11. Coleta de amostra de água recreacional (mar) para análise microbiológica.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

6.1.9 Avaliação da Qualidade Microbiológica das Areias de Praias

Uma das dificuldades enfrentadas na avaliação da qualidade das areias é em relação à variabilidade espacial e consequentemente a representatividade espacial das amostras. Como se trata de um meio que, diferentemente da água, não sofre uma homogeneização constante, a areia pode apresentar mosaicos de contaminação, ou seja, a presença de indicadores de poluição fecal pode estar concentrada em determinado local. Esse fato dificulta a extrapolação de resultados obtidos em um trecho de uma determinada praia para outros. Além disso, a representatividade da amostragem depende de alguns fatores como a dimensão da área estabelecida para coleta, profundidade, quantidade de amostra, distribuição das amostras ao longo do trecho de praia, entre outros, de modo que todas essas variáveis precisam ser padronizadas.

Em estudos realizados no Litoral Paulista, o verão apresentou contaminação maior que o inverno (PINTO, 2010). Assim, para avaliação da situação mais crítica, deve-se dar preferência por fazer as amostragens durante o verão. Além disso, estudos também mostraram que a areia seca apresenta concentrações mais elevadas de indicadores de poluição fecal quando comparada com a areia úmida.

Para a avaliação da qualidade microbiológica dessas areias pode-se pesquisar indicadores de poluição fecal como coliformes termotolerantes, *E. coli*, enterococos e clostrídios, além de outras bactérias como *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Vibrio* spp., *Salmonella* spp., vírus como Adenovírus, Enterovírus, entre outros, além de helmintos, protozoários e fungos.

Procedimento de coleta de areia para ensaios microbiológicos em areias das praias litorâneas

- Compor aproximadamente 500 g de amostra de areia em saco estéril, utilizando espátula estéril, como descrito a seguir.
- Coletar 5 porções de aproximadamente 100 g de areia, provenientes da camada superficial do solo (profundidade de até 5 cm), em pontos que distam em torno de 100 m entre si, conforme ilustrado na figura 6.12;
- Fechar o saco e acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

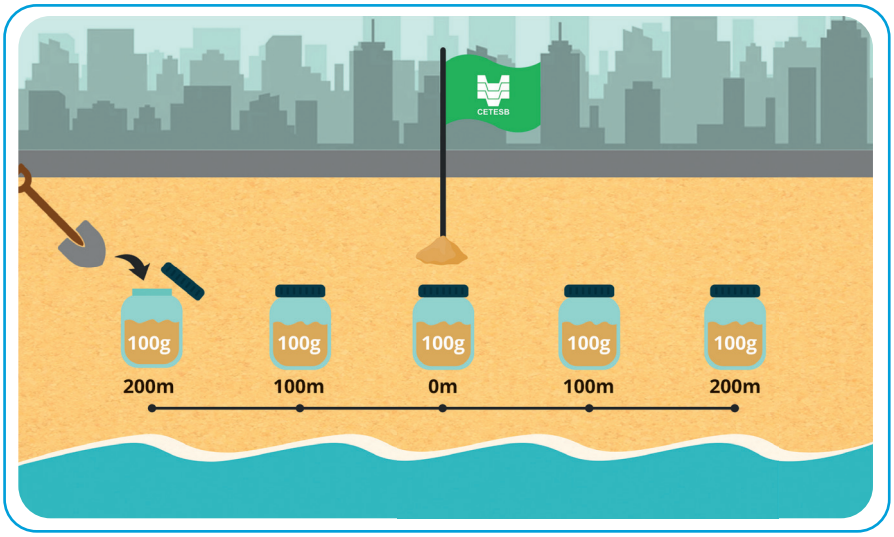


Figura 6.12. Desenho esquemático do procedimento de coleta de areia das praias litorâneas.
Fonte: CETESB, 2021 – Modificado/Banco de imagens CETESB.

6.1.10 Comunidades Biológicas

As comunidades biológicas fornecem a melhor base para a avaliação da integridade ecológica dos ecossistemas aquáticos. Uma vez que o dado biológico é gerado a partir da coleta de organismos vivos, que podem escapar à captura ou apresentar comportamento migratório ou distribuição espacial heterogênea no local de investigação, o programa de amostragem biológica deve ser cuidadosamente planejado para que os resultados tenham aplicabilidade e reflitam com fidelidade a qualidade do habitat. Em se tratando da coleta de componentes da flora e/ou fauna nativa, é necessário que se obtenha licença/autorização para sua amostragem junto ao órgão de meio ambiente federal (IBAMA) ou estadual (Secretarias Estaduais de Meio Ambiente), dependendo da finalidade do estudo e se o ambiente está sob jurisdição da federação ou do estado, ou ainda ao gestor da Unidade de Conservação onde o local de coleta pode estar inserido.

Sempre que for possível, os locais de coleta para monitoramento biológico (biomonitoramento), ou caracterização ecológica, devem ser os mesmos que aqueles estabelecidos para o levantamento químico, físico, microbiológico, etc., de forma que todas as coletas sejam concomitantes. Para efeito de comparação dos resultados dos levantamentos das comunidades biológicas, os pontos de coleta devem ter condições ecológicas similares dentro do mesmo projeto ou programa de monitoramento, não deixando de considerar a distribuição espacial do componente biológico no ecossistema (zonação) em investigação; por exemplo, devem estar localizados na mesma região em lagos e reservatórios (litorânea, limnética e profundal), ou serem em rios de ordens similares (1ª, 2ª, 3ª, 4ª ordens).

É importante que sejam levantados, ao mesmo tempo, dados relativos ao meio físico como, por exemplo, granulometria do sedimento, transparência e coloração da água, velocidade da corrente e vazão do rio, largura e profundidade do leito, tipos de habitats presentes no local (por exemplo, proximidade de corredeiras, remansos, várzeas, presença de macrófitas e cobertura vegetal das margens). Devem também ser observadas as condições do local, tais como o uso e ocupação do solo na bacia, presença de despejos industriais e urbanos, piscicultura, atividade de mineração, dentre outras.

Para se comparar diferentes pontos de amostragem é essencial também que todos sejam amostrados aproximadamente ao mesmo tempo. A periodicidade de amostragem depende da comunidade a ser analisada, mas se alguma situação atípica ocorrer, como descarga ou derramamento de substâncias químicas, as amostragens devem ser realizadas a intervalos de tempo menores, de modo a acompanhar a recuperação das comunidades.

A seleção do tamanho da estação de amostragem é influenciada pelos grupos taxonômicos a serem estudados e pela natureza do problema a ser investigado. Para fitoplâncton e macroinvertebrados, um local adequado de amostragem pode cobrir pequenas áreas ou volumes, enquanto para peixes uma estação pode se estender de 100

m^2 a 1000 m^2, dependendo da densidade das populações e do território usual da espécie sob investigação.

A amostragem de comunidades biológicas pode ser dividida basicamente em três tipos, a serem selecionados conforme o objetivo do trabalho ou projeto: qualitativa, semiquantitativa e quantitativa. O tipo da amostragem define os equipamentos e o esforço da coleta necessários.

A amostragem qualitativa serve a estudos de comparação espacial e/ou temporal, baseados no número de grupos taxonômicos das comunidades avaliadas. Neste caso, não há transformação dos dados em unidade de área ou volume, mas o nível de identificação taxonômica deve ser uniformizado para efeito de comparação.

Amostras semiquantitativas podem ser obtidas de duas formas: a) o esforço amostral (padronizado em tempo ou espaço) é medido no emprego de métodos qualitativos de coleta, ou b) amostradores quantitativos são usados em coleta não aleatória e sem réplicas.

A amostragem quantitativa requer que as unidades de área ou volume amostrados sejam bem definidas, sendo geralmente realizadas réplicas (ou unidades de amostragem), tomando-se cuidados relativos ao tamanho e distribuição das unidades de amostragem na área de estudo. Os dados da coleta quantitativa prestam-se a objetivos mais amplos, fornecendo a possibilidade de se estimar abundâncias e/ou biomassas de organismos, além das informações obtidas pelos outros dois tipos de amostragem.

Existem vários estudos definindo o número de réplicas necessário em relação à confiabilidade estatística que se deseja obter na amostragem quantitativa. Em geral, são aplicadas fórmulas onde se empregam dados (média, desvio ou erro padrão, variância) provenientes de uma campanha de amostragem preliminar. Os dados obtidos são tanto mais confiáveis quanto mais cuidadosamente definidos o local de amostragem e o número de réplicas (para maiores informações recomenda-se a consulta a Bicudo e Bicudo, 2004 e Merritt *et al.*, 2008).

O plano de amostragem depende dos objetivos do projeto ou do programa de monitoramento. Cada caso requer uma metodologia específica, tanto de coleta, quanto de ensaios e interpretação de dados.

6.1.10.1 Pigmentos Fotossintetizantes (Clorofila a e Feofitina a)

Há diversos métodos para se avaliar a biomassa vegetal de um ecossistema aquático. Além da estimativa do *standing-stock* por meio da contagem do número de organismos num dado volume de água (determinação do fitoplâncton, seja de água doce ou marinha), pode-se efetuar a estimativa pela determinação da concentração de pigmentos, sobretudo de clorofila *a*. A clorofila *a* é comum a todos os grupos vegetais e consiste aproximadamente de 1 a 2% do peso seco do material orgânico em todas as algas planctônicas e é, por isso, um indicador preferido para estimar a biomassa algal. Propicia, também, a avaliação do grau de trofia do ambiente (grau de enriquecimento por nutrientes) e da produção primária.

As moléculas de clorofila não são estáveis e podem sofrer degradação dependendo das condições do meio, tais como mudanças do pH, temperatura e luminosidade excessiva, originando produtos conhecidos como feopigmentos. A feofitina *a* é um produto da degradação da clorofila *a* e a relação entre ambas tem grande importância na indicação do estado fisiológico da comunidade fitoplanctônica. Além disso, como a feoftina *a* absorve luz na mesma região do espectro que a clorofila *a*, podendo interferir significativamente nas determinações deste pigmento, sendo, portanto, importante optar por método analítico que permita discriminar a concentração de cada um desses pigmentos.

O procedimento para coleta destinado ao ensaio de clorofila, incluindo os cuidados para minimizar esses efeitos, encontram-se descritos abaixo.

Procedimentos de coleta

Como os resultados da clorofila *a* e feofitina *a* são obtidos da mesma amostra, é necessária a coleta de apenas uma amostra para as duas variáveis. As amostras são coletadas na superfície, até 30 cm de profundidade. Recomenda-se enxaguar o frasco com água do local antes de introduzir a alíquota que servirá de amostra para análise. O frasco não deve ser totalmente preenchido a fim de facilitar a homogeneização da amostra antes da filtragem.

As amostras para determinação das concentrações de clorofila *a* e feofitina *a* podem ser obtidas em replicata, por ponto de coleta, sendo a distância entre as réplicas determinada aleatoriamente.

Os recipientes utilizados para o armazenamento das amostras para a determinação de clorofila/feofitina devem ser de vidro neutro devido à sensibilidade de algumas algas e cianobactérias ao meio alcalino. Utilizar vidros escuros (frasco âmbar de 1 L) de boca larga (aproximadamente 4 cm), com tampa rosqueável. No caso de se utilizar outro tipo de frasco de vidro neutro, este deve ser protegido por folha de papel alumínio para que não haja exposição à luz, evitando o metabolismo fotossintético, bem como a degradação da molécula de clorofila devido à luminosidade excessiva. Os frascos plásticos devem ser evitados, pois os organismos fitoplanctônicos tendem a aderir nas paredes, resultando em perdas nas determinações.

A amostra pode ser filtrada em campo imediatamente após a coleta; caso isto não seja possível, deve ser mantida refrigerada até a chegada ao laboratório em um prazo máximo de 48 horas (ver Apêndice A). Quando o pH da amostra for inferior a 6, ou se considerado necessário, a amostra pode ser preservada com 2 mL solução de carbonato de magnésio 1% (APHA; AWWA; WEF, 2023).

Procedimento de coleta para ensaio de clorofila *a*/feofitina *a* em águas de superfície

- Realizar a coleta a, aproximadamente, 30 cm abaixo da lâmina d'água. Esta coleta pode ser feita manualmente (submergindo o frasco de coleta, caso não haja solicitação para outros ensaios), com um balde de aço inox ou garrafa de amostragem de fluxo horizontal;
- Distribuir o volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, especialmente quando houver ensaios correlatos (nutrientes, fitoplâncton e teste de toxicidade) como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios (consultar Apêndice A);
- No caso do frasco destinado ao ensaio de clorofila *a*/feofitina *a*, preencher de forma que fique um espaço que possibilite a homogeneização da amostra;
- Caso a filtração não possa ser realizada no local, a amostra deve ser imediatamente armazenada ao abrigo da luz e transportada em caixa térmica sob refrigeração, nunca excedendo o prazo de 48 horas após a coleta para a filtração.

Procedimento de coleta para ensaio de clorofila *a*/feofitina *a* em profundidade

- Coletar com garrafa de profundidade no estrato de interesse. É importante que o equipamento não promova a suspensão do sedimento; para tanto, recomenda-se a coleta de água até 1 m acima do fundo, exceto quando o estrato abaixo de 1 m acima do fundo for de interesse;
- Desprezar a água contida na mangueira;
- Distribuir o volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, especialmente quando houver ensaios correlatos (nutrientes, fitoplâncton e teste de toxicidade) como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios (consultar Apêndice A);
- No caso de frasco destinado ao ensaio de clorofila *a*/feofitina *a*, preencher de forma que fique um espaço que possibilite a homogeneização da amostra;
- Caso a filtração não possa ser realizada no local, a amostra deve ser imediatamente armazenada ao abrigo da luz e transportada em caixa térmica sob refrigeração, nunca excedendo o prazo de 48 horas após a coleta para a filtração.

Procedimento de filtração das amostras para ensaios de clorofila *a*/ feofitina *a* em campo

Materiais:

- Membrana filtrante de fibra de vidro ou de celulose hidrofílica (47 mm de diâmetro) com porosidade entre 0,45 µm e 1,0 µm;
- Conjunto para filtração a vácuo para membranas de 47 mm de diâmetro (Figs. 6.13 e 6.14);
- Pinça de ponta reta, de aço inoxidável e borda plana;
- Envelope de papel pardo do tipo *kraft* para armazenar o filtro com o conteúdo filtrado;
- Proveta graduada entre 500 mL e 1 L;
- Pisseta com água reagente;
- Bomba de vácuo para filtragem sob pressão (Figs. 6.15 e 6.16);
- Frasco escuro ou envolvido em papel alumínio contendo sílica gel.

Procedimento:

- Homogeneizar delicadamente a amostra por cerca de dez vezes antes de iniciar a filtração;
- Utilizar a proveta graduada para transferir a amostra para o filtro. Filtrar a maior quantidade possível, preferencialmente todo o volume coletado, e sempre anotar esta informação (volume filtrado). O volume de água a ser filtrado geralmente varia de 0,05 L a 1 L, dependendo da concentração de organismos ou partículas em suspensão na amostra. Este processo não deve exceder 10 minutos e a amostra deve permanecer protegida da luz;
- Após o término da filtragem, lavar internamente com água reagente tanto a proveta utilizada como o porta-filtro;
- Com o auxílio da pinça, dobrar o filtro contendo o material nele retido, uma única vez ao meio, sem que haja contato manual;
- Guardar o filtro em envelope contendo indicações do volume filtrado, identificação da amostra, ponto de amostragem, data e outras informações que sejam necessárias;
- Colocar imediatamente o envelope com o filtro em frasco escuro, ou envolvido em papel alumínio, contendo sílica gel;
- Devido ao fato de que, à temperatura ambiente e sob a ação da luz, as moléculas de clorofila degradam-se muito rapidamente, o frasco contendo as amostras filtradas deve ser colocado, imediatamente após a filtragem, sob refrigeração, e mantido nessas condições até o momento de sua chegada ao laboratório;
- Transportar o frasco contendo os filtros para o laboratório de destino, sob refrigeração, em caixa térmica com gelo. Se a amostra for demorar mais de 48 horas para ser entregue no laboratório, este frasco deve ser mantido congelado em freezer até a ocasião do transporte.



Figura 6.13. Sistema porta filtro para filtração de amostras para ensaio de Clorofila *a* e Feofitina *a* em laboratório.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

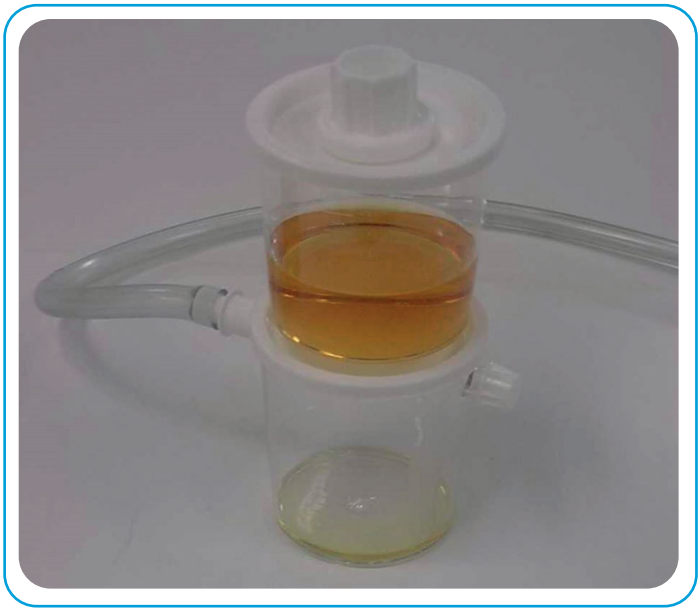


Figura 6.14. Sistema porta filtro para filtração de amostras para ensaio de Clorofila *a* e Feofitina *a* em campo.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

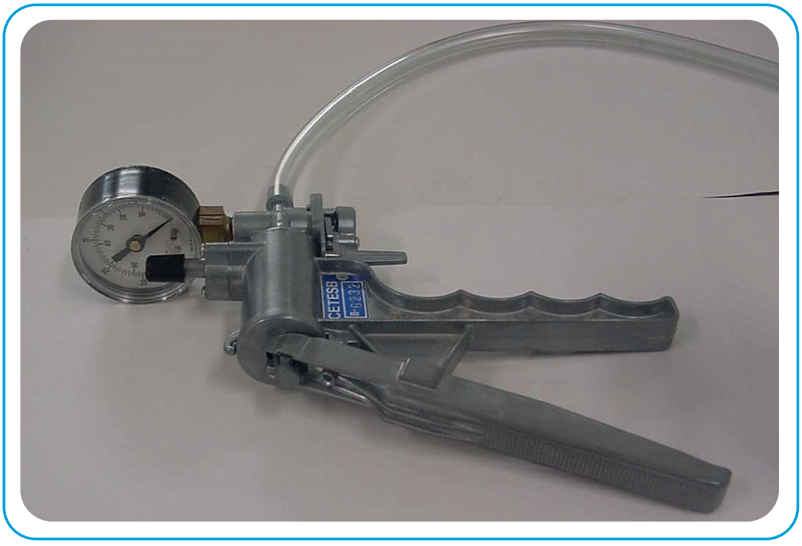


Figura 6.15. Bomba de vácuo manual para campo.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.16. Bomba de vácuo elétrica de bancada.
Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

6.1.10.2 Comunidade Fitoplanctônica

O termo fitoplâncton refere-se à comunidade de organismos microscópicos fotossintetizantes que vivem em suspensão nas diversas camadas de água.

A adoção de técnicas padronizadas constitui um dos requisitos básicos em estudos quantitativos e qualitativos da comunidade fitoplanctônica. O planejamento amostral irá depender dos objetivos a serem alcançados, do esforço requerido e das condições espaciais locais. Entretanto, algumas recomendações são extremamente importantes e deverão sempre ser levadas em conta, como a variabilidade do sistema a ser estudado, que reflete a distribuição espacial, vertical e horizontal do fitoplâncton, frequência e aspectos temporais relacionados às características ambientais nas diferentes épocas do ano.

É fundamental a obtenção de amostras representativas da comunidade, seja utilizando aparelhos sofisticados ou adaptando disposi-

tivos mais simplificados. O número de unidades amostrais a serem coletadas, de acordo com Huszar e Giani (2004), depende dos objetivos estabelecidos em cada pesquisa. Os procedimentos estatísticos para medir a variabilidade da amostragem são baseados em medidas da variabilidade interna das amostras em relação à variabilidade entre unidades amostrais. A coleta de réplicas é a abordagem estatística mais adequada, pois propicia medida direta do erro da amostragem, além de facilitar a maioria das análises estatísticas. No entanto, o grande número de unidades amostrais pode inviabilizar o trabalho. Como relatado pelas autoras, uma alternativa seria estabelecer a relação teórica entre a variância e a média dos atributos medidos (densidade, biomassa, entre outros) entre as unidades amostrais, por meio do coeficiente de variação.

A comunidade fitoplanctônica, de uma forma geral, é pouco abundante em ambientes pobres em nutrientes (oligotróficos). Entretanto, pode estar bem representada por organismos de vários grupos. Já em ambientes ricos em nutrientes (eutróficos), a comunidade geralmente é abundante com presença de espécies pertencentes a um único grupo. Como principal consequência da eutrofização destaca-se a proliferação excessiva de algas e cianobactérias, fenômeno conhecido como floração ou *bloom*, sendo as cianobactérias os organismos mais frequentes em florações de águas continentais (Fig. 6.17). Esses microrganismos podem produzir toxinas altamente potentes, conhecidas como cianotoxinas, as quais podem apresentar efeitos neurotóxicos, hepatotóxicos ou dermatotóxicos.

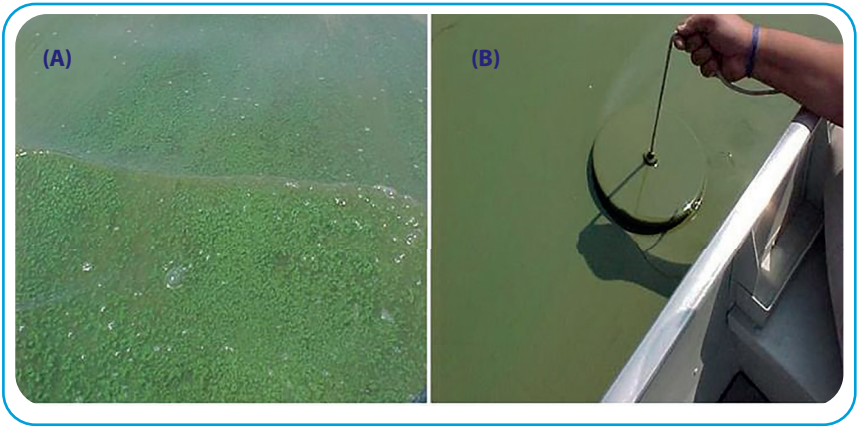


Figura 6.17. Floração (*bloom*) de cianobactérias no Reservatório Billings – São Paulo/SP: (A) Proliferação excessiva de cianobactérias; (B) Disco de Secchi recoberto por algas e cianobactérias.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

Outros fatores influenciam a composição e distribuição da comunidade de fitoplâncton, além da quantidade de nutrientes da água, tais como: vento, correnteza, estratificação, circulação, hora do dia, profundidade de penetração da luz, intensidade luminosa, estação do ano, presença de material tóxico, entre outros.

Procedimentos de Coleta do Fitoplâncton

A amostragem para ensaio de fitoplâncton pode ser feita de várias maneiras, dependendo do objetivo do estudo. Por exemplo, para avaliar a variabilidade espacial são necessárias amostragens em vários pontos de um corpo d'água. Já para avaliar a variabilidade vertical, utilizam-se tomadas de água de várias profundidades. O conhecimento da variabilidade temporal pode ser obtido a partir coletas realizadas ao longo de dias, meses e anos.

Quando a coleta é realizada na superfície, é possível que as amostras sejam do tipo simples, integrada ou em réplicas (ver Capítulo 3). Ao longo da coluna d'água, podem ser feitas coletas simples em várias profundidades para serem analisadas individualmente ou também diferentes estratégias de integração de amostras.

Quando há pouca luminosidade, por exemplo nas primeiras horas da manhã, as cianobactérias tendem a ficar bem próximas da superfície. Quando há muita luminosidade também há muita radiação e, para proteger seu aparato celular, elas podem regular sua posição na coluna de água. Nesse caso, uma análise integrada da coluna d´água pode ser uma boa estratégia.

É recomendável que em amostragens de rotina para programas de monitoramento a coleta seja realizada em profundidade padronizada e, se possível, no mesmo período do dia. É importante ressaltar que dentro do grupo das cianobactérias existem espécies que possuem aerótopos as quais podem migrar na coluna d'água de acordo com a intensidade luminosa. Esta característica é importante principalmente nas amostragens em águas captadas para consumo humano, nas quais a altura da tomada da água, bem como a integração de dados de toda coluna d'água, devem ser considerados.

As amostragens também devem considerar o tipo de análise a ser realizada, para isso há diferentes metodologias de coleta para ensaios qualitativos e quantitativos.

a) Coleta para ensaios quantitativos

Para os ensaios quantitativos, nos quais é feita a identificação e a quantificação dos organismos, é necessária a coleta de volumes conhecidos, que pode ser realizada em superfície, profundidade ou por meio de amostras integradas.

Procedimento de coleta para ensaios de fitoplâncton em águas de superfície

- Realizar a coleta a, aproximadamente, 30 cm abaixo da lâmina d'água. Esta coleta pode ser feita manualmente (submergindo o frasco de coleta, caso não haja solicitação para outros ensaios), com um balde de aço inox ou garrafa de amostragem de fluxo horizontal;
- Distribuir o volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, especialmente quando houver ensaios correlatos (nutrientes, clorofila e teste de toxicidade) como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios (consultar Apêndice A);
- No caso do frasco destinado ao ensaio de fitoplâncton, preencher de forma que fique um espaço que possibilite a homogeneização da amostra;
- Manter a amostra refrigerada e ao abrigo da luz. Se a amostra não puder chegar ao laboratório em 24 h, deverá ser preservada em campo (com lugol ou formol), procurando manter uma alíquota, em um frasco menor (100 mL), refrigerada para observação do material vivo.

NOTA: Procedimento para a coleta de amostras de florações de cianobactérias – Quando há formação de "nata" superficial no ponto de coleta, proceder como descrito acima, tomando o cuidado ao se colocar o balde ou o frasco na água, para não movimentar muito a massa flutuante. Distribuir alíquotas da mesma tomada de amostra nos diferentes frascos.

Procedimento de coleta para ensaios de fitoplâncton em profundidade

- Coletar com garrafa de profundidade no estrato de interesse. É importante que o equipamento não promova a suspensão do sedimento; para tanto, recomenda-se a coleta de água até 1 m acima do fundo, exceto quando o estrato abaixo de 1 m acima do fundo for de interesse;
- Desprezar a água contida na mangueira;
- Distribuir o volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios, especialmente quando houver ensaios correlatos (nutrientes, clorofila e teste de toxicidade) como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios (consultar Apêndice A);
- No caso do frasco destinado ao ensaio de fitoplâncton, preencher de forma que fique um espaço que possibilite a homogeneização da amostra;
- Manter a amostra refrigerada e ao abrigo da luz. Se a amostra não puder chegar ao laboratório em 24 h, deverá ser preservada em campo (com lugol ou formol), procurando manter uma alíquota, em um frasco menor (100 mL), refrigerada para observação do material vivo.

b) Coleta para ensaios qualitativos

Para os ensaios qualitativos, em que ocorre a identificação dos organismos, mas não a sua quantificação, geralmente são utilizadas redes de plâncton, por meio de arrastos horizontais, verticais ou oblíquos, conforme exemplificado na Figura 6.18, sendo os dois primeiros tipos de arrasto os mais utilizados.

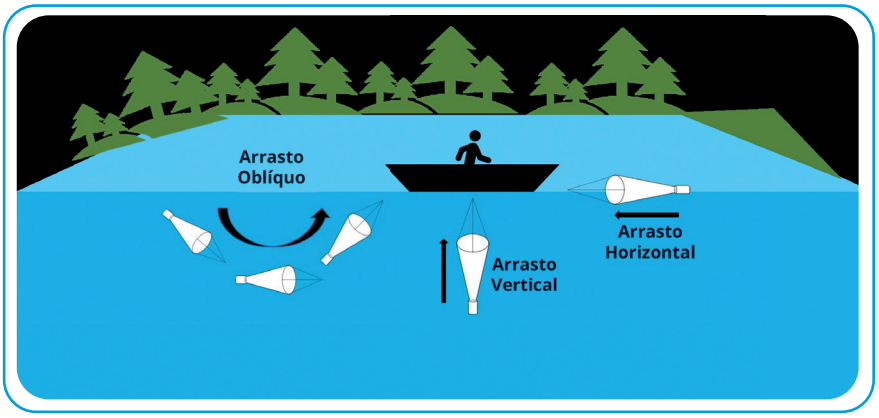


Figura 6.18. Ilustração dos tipos de coleta de fitoplâncton com rede.
Fonte: BRASIL, 2015 – Modificado/Banco de imagens CETESB.

Há vários tipos de redes disponíveis, sendo as mais indicadas para o estudo do fitoplâncton as de malha de náilon com abertura de 20 a 45 µm. Recomendam-se as redes longas e de boca larga, que possibilitam maior área de filtração. É importante destacar que a coleta com rede não permite a quantificação precisa do fitoplâncton. Além disso, algumas espécies muito pequenas (nanoplâncton) não são retidas no copo, impossibilitando o conhecimento da comunidade total.

A principal vantagem do uso de redes de plâncton é a possibilidade de se filtrar grandes volumes de água, de modo a permitir a análise e a identificação de espécies raras, que normalmente não são detectadas em amostras de fitoplâncton total obtidas com as amostradores pontuais.

Procedimento de coleta horizontal para ensaio de fitoplâncton com rede

- Amarrar uma corda na extremidade da rede;
- Em seguida, mergulha-se a rede na água a uma profundidade até 30 cm;
- Com auxílio de uma embarcação é realizado um arrasto na superfície por tempo determinado, tomando-se o cuidado de evitar a zona de turbulência provocada pelo deslocamento da embarcação;
- A amostra retida no copo da rede é transferida para um frasco (Apêndice A). Com auxílio de uma pisseta de água reagente, efetuar a lavagem, de fora para dentro do copo, como forma de retirar o material aderido ao mesmo;
- Manter a amostra refrigerada e ao abrigo da luz. Se a amostra não puder chegar ao laboratório em 24 h, deverá ser preservada em campo (com lugol ou formol). Se possível, manter uma alíquota em um frasco menor (100 mL), refrigerada para observação do material vivo.

Procedimentos de coleta vertical para ensaio de fitoplâncton com rede

- Amarrar uma corda na extremidade da rede;
- Mergulhar a rede na água até a profundidade desejada, evitando que a rede bata no fundo, o que ressuspenderia o sedimento e contaminaria a amostra;
- Suspender a rede lentamente até a superfície;
- A amostra retida no copo da rede é transferida para um frasco (Apêndice A). Com auxílio de uma pisseta de água reagente, efetuar a lavagem de fora para dentro do copo, como forma de retirar o material aderido ao mesmo;
- Caso haja necessidade de uma quantidade maior de organismos fitoplanctônicos, repetir o procedimento descrito nos itens anteriores;
- Manter a amostra refrigerada e ao abrigo da luz. Se a amostra não puder chegar ao laboratório em 24h deverá ser preservada em campo (com lugol ou formol), procurando manter uma alíquota em um frasco menor (100 mL) refrigerada, para observação do material vivo.

Para amostragens em locais onde há indícios de florações, por exemplo de cianobactérias e dinoflagelados, é importante se atentar que desses organismos podem apresentar a capacidade de se ajustar na coluna de água conforme sua necessidade fisiológica por apresentarem aerótopos (vesículas de ar) e flagelos, respectivamente (Figura 6.19).

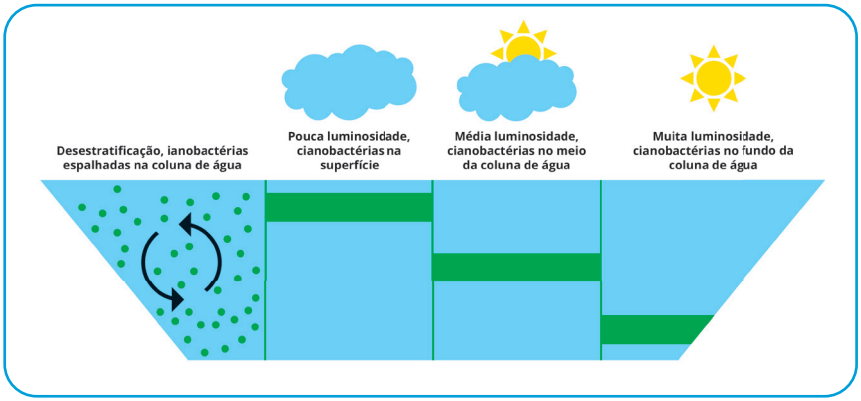


Figura 6.19. Ilustração dos possíveis cenários em locais com indícios de florações de cianobactérias.

Fonte: CHORUS; WELKER, 2021 – Modificado/Banco de imagens CETESB.

Procedimento de coleta para ensaios de Cianotoxinas

- A coleta para determinação de cianotoxinas deve ser realizada, em geral, com base no procedimento de coleta de amostras para ensaio do fitoplâncton em águas de superfície;
- A frasco e a preservação dependerá do método de ensaio (ver Apêndice A);
- Acondicionar e transportar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração.

NOTA 1: Em situações de floração, sugere-se a coleta apenas da "nata".

NOTA2: Quando não houver presença de "nata", pode-se realizar arrasto (vertical e/ou horizontal) com rede procurando concentrar o maior número de organismos.

c) Preservação das amostras

A escolha e a utilização correta dos preservantes são de fundamental importância, uma vez que estes reagentes podem interferir na contagem e classificação dos organismos devido a alterações provocadas no meio.

Os dois reagentes que têm sido mais utilizados na preservação do fitoplâncton (algas e cianobactérias) são as soluções de lugol e formol neutralizado.

A solução de lugol é utilizada na concentração de 0,3 a 0,5 mL/100 mL de amostra para ambientes oligotróficos e 0,5 a 1,0 mL/100 mL de amostra para ambientes eutróficos. O lugol possui a vantagem de

facilitar a sedimentação dos organismos na câmara de contagem e possibilitar melhor preservação de células flageladas. Entretanto, pode alterar a coloração dos organismos, colapsar aerótopos e não permitir a detecção da fluorescência no material fixado. A preservação de amostras com formol é feita utilizando-se solução de formol neutralizado de forma que a concentração final na amostra fique entre 5 e 10%. Por exemplo, ao adicionar 50 mL de formol neutralizado em um litro de amostra, tem-se uma concentração final de 5% na amostra. O formol tem a vantagem de maior duração de seu efeito (até 5 anos) e não altera a coloração dos organismos. Porém, provoca a queda dos flagelos, dificultando a identificação taxonômica de algumas algas, e deve ser utilizado com os devidos cuidados, pois pode ser tóxico para o analista.

6.1.10.3 Comunidade Perifítica

O perifíton é definido como uma complexa microbiota constituída por algas, bactérias, fungos e animais aderidos a substratos orgânicos vivos ou mortos ou inorgânicos (WETZEL, 1983). O perifíton é classificado, de acordo com o tipo de substrato que coloniza, em epifíton (cresce aderido sobre plantas), epipélon (cresce aderido sobre superfície do sedimento), epilíton (cresce aderido sobre pedras ou superfícies rochosas), episâmon (cresce aderido sobre grãos de areia), epixílon (cresce aderido sobre madeira) e epizoon (cresce aderido sobre animais) (FERNANDES; ESTEVES, 2011, SCHWARZBOLD; BURLIGA; TORGAN, 2013, WETZEL, 2001).

As comunidades perifíticas exercem importante papel no funcionamento dos ecossistemas aquáticos, pois atuam na ciclagem de nutrientes, fluxo de energia e cadeia alimentar (BIGGS; KILROY, 2000, RODRIGUES; BICUDO; MOSCHINI-CARLOS, 2003, STEINMAN, 2002, VADEBONCOEUR *et al.*, 2001). O perifíton é importante produtor primário em ambientes lênticos (VADEBONCOEUR; LODGE; CARPENTER, 2001) e lóticos (DAVIES; BUNN; HAMILTON, 2008, HILL; WEBSTER, 1982).

Organismos perifíticos colonizam muitos habitats de rios e lagos e são utilizados como indicadores biológicos para caracterização e monitoramento ambiental (BARBOUR, 1999, DENICOLA; KELLY, 2014), tanto em água doce, como no meio marinho. A comunidade perifítica pode ser utilizada para detectar sinais precoces de eutrofização, pois fornece indicação sensível ao enriquecimento por nutrientes (GAISER *et al.*, 2006), para estabelecer metas de recuperação (MCCORMICK; STEVENSON, 1998) e para elaborar índices multimétricos de integridade biótica (HILL *et al.*, 2000). Além disso, estudos têm demonstrado o potencial do perifíton para ser usado como ferramenta para remoção de fósforo de ambientes eutrofizados (DODDS, 2003; WU *et al.*, 2014).

As características que tornam a comunidade perifítica boa indicadora da qualidade da água incluem:

- Ampla ocorrência e distribuição;
- Hábito séssil que permite que a comunidade responda às alterações ambientais (LOWE; PAN, 1996);
- Ciclo de vida curto e rápida taxa de reprodução de seus componentes, em especial algas e bactérias, que respondem rapidamente às mudanças ambientais (LOWE; PAN, 1996);
- Dados disponíveis sobre autoecologia e limites de tolerância de alguns organismos perifíticos, como por exemplo, as diatomáceas (LECOINTE; COSTE; PRYGIEL, 1993);
- Propriedades químicas da matriz, principalmente a substância polimérica extracelular (EPS) produzida por algas e bactérias, que favorecem a adsorção e acúmulo de diversas substâncias, como agrotóxicos (DDT, Dieldrin, atrazina), metais (Cd, Cu, Ni, Pb, Fe) e nutrientes (N e P) (LOCK *et al.*, 1984, RIMET; BOUCHEZ 2011);
- Métodos de amostragem simples e relativamente padronizados (APHA; AWWA; WEF, 2023, BARBOUR, 1999, SCHWARZBOLD; BURLIGA; TORGAN, 2013).

Estudos de perifíton de águas continentais podem incluir toda a comunidade algal (DUNCK; NOGUEIRA; FELISBERTO, 2013) ou partes desta, como as diatomáceas (DELA-CRUZ *et al.*, 2006, LOBO *et al.*, 2015). Além disso, a estrutura da comunidade pode ser avaliada através de grupos ou traços funcionais (ALGARTE *et al.*, 2014, FERRAGUT; BICUDO, 2011), os quais também respondem à variação ambiental.

Inúmeros estudos avaliaram a comunidade perifítica a partir de métodos com diferentes substratos artificiais e naturais, demonstrando que a mesma pode ser representativa das condições ambientais (RODRIGUES; BICUDO, 2001, SLÁDECKOVÁ, 1962, VADEBONCOEUR *et al.*, 2006).

Os métodos de coleta de perifíton podem ser classificados como:

- Manual de substratos naturais – amostrar parte ou todo o substrato natural (folhas, ramos, pedras);
- Com delimitador de substratos naturais – coletar o material de uma área delimitada, por meio de raspagem do substrato natural como, por exemplo, com o uso do perifitômetro com escova;
- Com substrato artificial – coletar por meio de raspagem do material aderido ao substrato artificial, como por exemplo as lâminas de vidro colocados na posição vertical em relação a superfície da água (o que minimiza a sedimentação de material particulado) para colonização, permite amostrar sem destruir ou perturbar o microambiente.

Quaisquer destes métodos podem ser utilizados para amostragens quantitativas, no entanto, a área amostrada deve ser conhecida. Além disso, a comparação do perifíton entre pontos deve ser cuidadosa e levar em consideração todos os fatores que influenciam o crescimento do perifíton nos ambientes a serem estudados. O tipo de substrato e sua complexidade estrutural devem ser considerados em estudos comparativos. No caso de utilização de substratos artificiais é importante a

padronização do tempo de exposição, pois a estrutura da comunidade muda com o tempo de colonização.

a) Cuidados e Preparação da Coleta

Para a preparação da coleta é necessária a avaliação dos substratos naturais disponíveis no ambiente em estudo, comparando facilidade de coleta, constância de ocorrência em todos os pontos amostrais, bem como a avaliação da possibilidade de uso do mesmo equipamento para coleta.

Os substratos naturais devem ser padronizados, dentro do possível, quanto ao tamanho das pedras, o tipo de folhas (forma, rugosidade e desenvolvimento – maduras, mas não senescentes) e ramos (quanto à espessura, formato e rugosidade).

No caso de uso de substratos artificiais, recomenda-se que os substratos sejam instalados no local previamente à coleta propriamente dita para teste do tempo de colonização.

Um procedimento comum a qualquer metodologia de coleta de perifíton é o cálculo de área raspada/coletada que possibilita a expressão dos resultados do número de indivíduos por área (por exemplo, ind/cm^2). A exatidão dos resultados depende da precisão das medidas, as quais precisam ter a maior acurácia possível. As medidas podem ser obtidas manualmente com régua ou paquímetro ou por meio da análise de imagens do substrato em *softwares* específicos. No caso de substratos com elevada complexidade estrutural, a densidade e a biomassa dos organismos perifíticos podem ser expressas por unidade de massa (ind/g).

Outro cuidado que deve ser comum a qualquer metodologia é a limpeza de acessórios, aparelhos e equipamentos entre coleta de réplicas e principalmente entre pontos, para evitar a contaminação da amostra. Esta limpeza deve ser feita preferencialmente com água reagente para evitar a coleta de outros organismos, como os planctônicos.

A seguir são descritos procedimentos de coleta de perifíton em substratos naturais (folhas, ramos e pedras) e artificiais (flutuador com lâminas de vidro). A escolha dos substratos depende de sua disponibilidade no local, do tempo e orçamento disponíveis e, principalmente, do objetivo do estudo. Estas metodologias de coleta, bem como metodologia de análise, foram descritas por vários autores (CETESB, 2002, 2005, OLIVEIRA; RIBEIRO DE SOUZA; BEYRUTH, 2003, RIBEIRO DE SOUZA; AGUJARO; OLIVEIRA, 2003).

b) Procedimentos de Coleta

Procedimento de coleta para ensaios de perifíton em substratos naturais (folhas, ramos, pedras pequenas)

- Avaliar a disponibilidade de substratos no local de amostragem, considerando submersão (evitando-se substratos expostos à dessecação) e padronização de réplicas (optando-se por substratos os mais semelhantes em textura e tamanho). Para estudos ecológicos, devem ser consideradas a aleatoriedade da amostragem e a obtenção de, pelo menos, três réplicas de cada substrato (Fig. 6.20 e 6.21);
- Cortar ramos e folhas selecionados com auxílio de tesoura, que deve ser lavada com água reagente depois da coleta de cada réplica;
- Colocar o material coletado em bandeja, com o lado a ser raspado para cima para evitar perda do material perifítico (Fig. 6.22 e 6.23);
- Raspar o substrato com pincel macio, "lavando" o material raspado com água reagente para o frasco de amostra com auxílio de pisseta. Registrar o volume de água utilizado. No caso das pedras e das folhas, raspar apenas a parte superior e submersa na água (Fig. 6.24);
- Homogeneizar a amostra e, caso seja necessária a análise de clorofila *a* conjunta, dividir em duas alíquotas, uma para análise de clorofila *a* e a outra para análise da comunidade;
- Preservar conforme Apêndice A;
- Medir comprimento e diâmetro dos ramos, com auxílio de régua e paquímetro (a área dos ramos é calculada por aproximação da figura geométrica mais próxima);
- Desenhar em papel vegetal, com lápis, o contorno das folhas e pedras raspadas. Os desenhos serão usados posteriormente para medida da área, com medidor de área foliar. As medidas de área permitem a expressão dos resultados em organismos/cm^2 (Figs. 6.25, 6.26 e 6.27).



Figura 6.20. Seleção de substrato.
Foto: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.21. Detalhe da seleção de folhas e ramos: (A) Pecíolo de ninfeia colonizado pelo perifíton; (B) Detalhe da seleção e coleta cuidadosa de ramos e folhas.
Foto: (A) Carla Ferragut/IPA; (B) Laboratório de Ecologia Aquática/IPA/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.22. Cortes dos ramos e folhas selecionadas.
Foto: Marcia Janete Coelho Botelho/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.23. Seleção de ramos e folhas: (A) Material perifítico coletado em macrófita aquática (*Nymphaea* sp.); (B) Macrófita em uma bandeja para posterior remoção do material perifítico e análise.
Foto: Laboratório Ecologia Aquática/IPA/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.24. Raspagem do substrato natural com pincel macio.
Foto: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.25. Desenho manual das folhas e ramos.
Foto: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB.

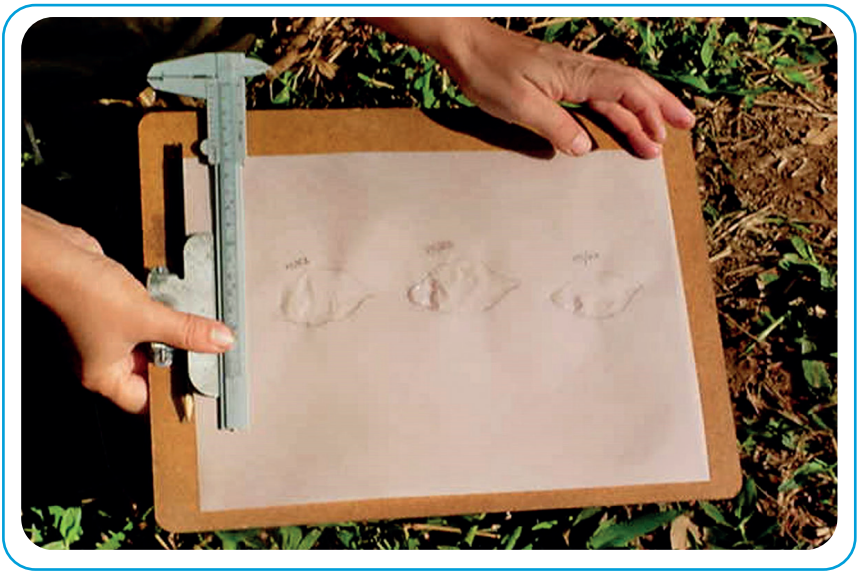


Figura 6.26. Paquímetro utilizado para medida do comprimento e diâmetro dos ramos e tamanho das folhas.

Foto: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB.



Figura 6.27. Medida do diâmetro dos ramos.

Foto: Helena Mitiko Watanabe/Banco de imagens CETESB.

Em rios e riachos rasos onde ocorram pedras grandes que não possam ser removidas, a coleta do perifíton pode ser realizada com diferentes tipos de perifitômetro (BIGGS; KILROY, 2000).

Procedimento de coleta para ensaio de perifíton em substrato natural consolidado (pedras grandes demais para serem deslocadas) com perifitômetro com escova

- Selecionar as pedras a serem amostradas, considerando que para estudos ecológicos a amostragem aleatória é fundamental;
- Encostar a borracha da parte inferior do equipamento na pedra, no local mais plano possível, evitando que água entre ou saia de dentro do tubo (Fig. 6.28a);
- Escovar toda a superfície delimitada pelo equipamento, tentando retirar todo o perifíton sem usar muita força para não danificar os organismos (Fig. 6.28b);
- Colocar a extremidade com a mangueira livre no frasco de coleta;
- Levantar a mangueira com a pera na extremidade e bombear até que toda a água e perifíton raspado tenham sido transferidos do interior do equipamento para o frasco de amostra;
- Preservar conforme Apêndice A.



Figura 6.28. Coleta de amostras do perifíton com perifitômetro com escova, modificado por VIS: (A) Introdução do amostrador no local selecionado; (B) Retirada do perifiton com a escova.

Fotos: Rita Cerqueira Ribeiro de Souza/Banco de imagens CETESB.

Substratos artificiais em flutuadores ou suportes submersos com lâminas de vidro podem ser usados em rios, riachos ou reservatórios onde haja razoável proteção contra vandalismo.

As lâminas de vidro, como qualquer tipo de substrato artificial, devem permanecer totalmente submersas na água para evitar a dessecação e a fotoinibição. Se possível, o substrato artificial deve ser posi-

cionado entre 10 e 15 cm de profundidade com as lâminas encaixadas na posição vertical em relação à superfície da água.

É consenso mundial que as lâminas de vidro (por exemplo, lâminas usadas em microscópio) são excelentes substratos artificiais para colonização do perifíton, pois possuem baixo custo, boa aderência e colonização do perifíton, facilidade de remoção do biofilme aderido e fácil delimitação de área e volume. Conforme Pompeo e Moschini-Carlos (2003), tubos de vidro cilíndricos também são excelentes substratos para colonização do perifíton.

Procedimento de coleta para ensaios de perifíton em substrato artificial

- Selecionar o local para instalação do substrato artificial, evitando a exposição e acesso de estranhos e determinar ponto de fixação;
- Fixar ou manter a flutuabilidade do substrato artificial em um local georreferenciado;
- Deixar os substratos artificiais para colonização do perifíton no local pelo tempo pré-determinado, que depende do objetivo do estudo, usualmente de 15 a 30 dias (Fig. 6.29a);
- Depois do tempo definido, retirar o equipamento e colocá-lo em bandeja ou outro recipiente com tampa (Fig. 6.29b);
- Selecionar aleatoriamente as lâminas e remover o perifíton do substrato por meio de raspagem com pincel macio ou lâmina de aço, seguido de lavagem com água reagente para o frasco de amostra;
- Preservar conforme Apêndice A.

NOTA: A remoção do perifíton e preparação das alíquotas para análises podem ser realizadas em laboratório. Nesse caso, dependendo da análise, a lâmina deverá ser colocada sem raspagem diretamente no frasco de coleta e preservada, ou transportada no escuro e refrigerada sem preservação, para o laboratório.



Figura 6.29. Coleta de amostras do perifíton: (A) Suporte contendo lâminas de vidro colonizadas pelo perifíton; (B) Exemplo de caixas envoltas com papel alumínio e com tampa para proteger o material perifítico da luz.

Fotos: Laboratório Ecologia Aquática/IPA/Banco de imagens CETESB.

c) Fixação e Preservação de Amostras de Perifíton

Existem vários processos e produtos que podem ser utilizados na fixação e conservação do perifíton (APHA; AWWA; WEF, 2023, BICUDO; MENEZES, 2017):

- Congelamento: é uma forma de preservação utilizada para análise de biomassa, composição de diatomáceas e abundância semiquantitativa de táxons, como clorofíceas e cianobactérias. Este é o único método prático para preservação de grandes amostras para análise de biomassa;
- Solução de formol 4 a 10% neutralizado: usada para preservação de amostras pequenas ou subamostras para análise quantitativa e composição taxonômica (qualitativa); a concentração de formol depende do componente perifítico a ser analisado;
- Lugol acético 5%: usado para preservação de amostras para análise quantitativa de algas perifíticas.

6.1.10.4 Comunidade Zooplanctônica

Os organismos zooplanctônicos são aqueles que vivem em suspensão devido à sua limitada capacidade de locomoção; podem ocupar toda a coluna de água, desde a superfície até grandes profundidades. A maioria dos invertebrados está representada no zooplâncton, seja como adultos, larvas, ou ambos, assim como o ictioplâncton, na forma de ovos e larvas de peixes (vertebrados), e podem ocupar diferentes níveis tróficos. Alguns dos organismos permanecem no ambiente planctônico durante todo o seu ciclo de vida (holoplâncton), outros, só parte dele (meroplâncton), como larvas de diversos grupos (poliquetas, crustáceos, insetos e peixes). São encontrados em praticamente todos os ambientes aquáticos, como lagos, charcos, lagoas, estuários, oceanos e rios.

Os organismos que compõem o zooplâncton apresentam uma distribuição horizontal e vertical heterogênea, sendo os movimentos

verticais diferenciados em resposta a diversos estímulos, como alimento, reprodução, luminosidade, correntes e temperatura (estratificação térmica).

O tamanho dos organismos zooplanctônicos geralmente varia de poucos micrômetros até mais de 20 mm e incluem protozoários, rotíferos, copépodes, cladóceros e outros invertebrados (Tab. 6.1).

GRUPO	LIMITES DE TAMANHO	PRINCIPAIS ORGANISMOS
ULTRANANOPLÂNCTON OU PICOPLÂNCTON	<2 mm	Bactérias livres
NANOPLÂNCTON	2-20 mm	Pequenos flagelados, ciliados e alguns rotíferos
MICROPLÂNCTON	20-200 mm	Foraminíferos, ciliados, flagelados, rotíferos, cladóceros e copépodes
MESOPLÂNCTON	200 mm –2 mm	Cladóceros, copépodes, quetognatos e larváceos
MACROPLÂNCTON	2-20 mm	Pterópodes, copépodes, eufausiáceos e quetógnatos
MICRONECTON	20-200 mm	Cefalópodes, eufausiáceos, sergestídeos e mictofídeos
MEGALOPLÂNCTON	>200 mm	Cifozoários, taliáceos

Tabela 6.1. Classificação do zooplâncton em função do tamanho dos organismos.
Fonte: OMORI; IKEDA, 1984 – Modificado.

A comunidade zooplanctônica responde rapidamente às alterações ambientais devido ao curto ciclo de vida dos organismos, fazendo com que possam ser empregados como indicadores da qualidade da água, e a interpretação de seus resultados deve ser realizada conjuntamente com outros dados biológicos, físicos e químicos, coletados simultaneamente. Muitos aparelhos de coleta foram desenvolvidos para amostragem dessa comunidade em função, principalmente, da variabilidade na distribuição do zooplâncton, da diversidade de ambientes e da capacidade de fuga e de escape dos organismos zooplanctontes e, por isso, não há um método que colete toda a variedade de grupos. Na tabela 6.2 encontram-se algumas recomendações para a escolha do aparelho de coleta.

EQUIPAMENTO	AMOSTRAS PONTUAIS	AMOSTRAS INTEGRADAS HORIZONTALMENTE	AMOSTRAS INTEGRADAS VERTICALMENTE		AMOSTRAS EM VEGETAÇÃO AQUÁTICA
			ÁGUAS PELÁGICAS OU PROFUNDAS	ÁGUAS LITORÂNEAS OU RASAS	
GARRAFAS	+	-	-	+	++
ARMADILHAS	++	+	-	++	++
BOMBAS	++	+	+	++	++
REDES	-	++	++	+	-

Tabela 6.2. Recomendações para a seleção do equipamento de coleta de zooplâncton em diferentes ambientes: (-) pouco recomendado; (+) recomendado; (++) muito recomendado.

Como a distribuição do zooplâncton geralmente é agregada e durante a coleta ocorre fuga e escape dos organismos, torna-se necessário aumentar o volume coletado por amostra ou adicionar réplicas (ou ambos). Apesar de não existir definição quanto ao volume mínimo a ser amostrado, pois depende da finalidade da investigação, sabe-se que, em ambientes oligotróficos, estuarinos e costeiros, é necessário coletar um volume muito maior (geralmente centenas de litros) do que em ambientes eutróficos onde a concentração de zooplâncton frequentemente é alta. Recomenda-se coletar um volume mínimo, por réplica, de 100 L para o zooplâncton de água doce (rotíferos, cladóceros e copépodes) e de 5 m^3 para o costeiro/estuarino e a obtenção de pelo menos duas réplicas em cada ponto de coleta. Em relação aos protozoários de vida livre (protozooplâncton), para a coleta de tecamebas (amebas testáceas) recomenda-se a filtração de um volume de 50 L, e para ciliados e flagelados heterotróficos a tomada de 150 a 250 mL de água com o auxílio de uma garrafa de profundidade, sendo a concentração de organismos realizada em laboratório.

Uma vez estabelecido o procedimento e o equipamento de coleta, é muito importante que estes não sejam alterados ao longo do estudo, a fim de possibilitar a comparação dos resultados. Na necessidade de informações adicionais, deve-se complementar com mais outro tipo de coleta.

A seguir serão descritos os procedimentos para as coletas mais rotineiramente empregadas, sem mencionar técnicas bioacústicas e de observação *in situ*. Maiores detalhes sobre coleta de zooplâncton poderão ser encontrados em APHA, AWWA e WEF (2023), Boltovskoy (1981), De Bernardi (1984), Omori e Ikeda (1984), Pinto-Coelho (2004) e UNESCO (1968).

a) Procedimentos de Coleta com Garrafas e Armadilhas

A garrafa do tipo van Dorn é a mais utilizada, porém há diversos outros tipos de garrafas que podem ser empregadas na coleta de zooplâncton. Este equipamento é bastante eficiente para capturar organismos pequenos, que apresentam baixa capacidade de locomoção e fuga, como protozoários e rotíferos (APHA; AWWA; WEF, 2023, DE BERNARDI, 1984, PINTO-COELHO, 2004). Por coletarem um volume pequeno (2 a 30 L), quase sempre necessitam de vários lances para capturar as formas raras ou de maior mobilidade, como os cladóceros e copépodes. Por isso, não são recomendadas para ambientes oligotróficos ou profundos. Para organismos maiores (cladóceros e copépodes), são preferidas bombas de sucção, redes ou armadilhas, sendo estas uma associação entre uma garrafa de maior capacidade e uma rede.

As amostras obtidas com garrafas ou com armadilha do tipo Schindler-Patalas são geralmente filtradas em redes de náilon de malha conhecida. Podem ser utilizadas para ensaio qualitativo ou quantitativo, em estudos para o conhecimento da distribuição vertical do zooplâncton.

As principais vantagens que as garrafas e armadilhas exibem são a possibilidade de coleta em qualquer profundidade e o conhecimento do volume preciso de água em que os organismos foram capturados. Ambas podem ser empregadas satisfatoriamente em ambientes eutróficos, onde a abundância de zooplâncton e matéria orgânica em suspensão podem reduzir a eficiência de outros equipamentos, em estudos de microdistribuição e da zona litorânea. Recomenda-se que

a garrafa e a armadilha sejam transparentes e sem partes brilhantes, a fim de reduzir a fuga de organismos mais velozes.

Estes equipamentos podem ser empregados para obter amostras pontuais ou integradas.

Procedimento de coleta para ensaios de zooplâncton com garrafa de profundidade

- Lançar a garrafa e coletar na profundidade desejada, quantas vezes forem necessárias para obter o volume pré-estabelecido;
- A cada lance efetuado, filtrar o seu conteúdo em rede de plâncton (a seleção da malha depende da classe de tamanho ou grupo de organismos que se deseja avaliar). Atentar-se para que todos os organismos aderidos à rede sejam transferidos para o copo da rede;
- Remover o copo da rede, vertendo a amostra para o frasco de coleta;
- Lavar o copo, com o auxílio de uma pisseta, quantas vezes forem necessárias para a completa remoção dos organismos;
- Ao final de todos os lances, adicionar formol neutralizado em quantidade suficiente para obter uma concentração final de 10%. Exemplo: em um frasco com capacidade de 250 mL, adicionar 25 mL de formol neutralizado na amostra e completar com água reagente (no caso de zooplâncton de água doce) ou com água do local (no caso de zooplâncton marinho) até o volume de 250 mL (ver Apêndice A);
- Em amostras de água doce, previamente ao formol, adicionar água gaseificada na proporção de 1:20 (1 parte de água gaseificada:20 partes de amostra) e esperar por 15 minutos, aproximadamente;
- Fechar bem o frasco e mantê-lo ao abrigo da luz.

NOTA1: A concentração de formol 10% utilizada corresponde a concentração de formalina 10% e formaldeído 4%.

NOTA2: A adição de corante (ex.: Rosa-de-Bengala 0,1%) é opcional, sendo indicada para amostras com muitos detritos, podendo ser adicionado imediatamente após a coleta ou no laboratório. Exemplo: Adicionar de 1 a 5 mL (ou mais, dependendo da quantidade de detritos) da solução corante em 250 mL de amostra.

A coleta integrada de zooplâncton ao longo da coluna d'água com garrafa ou armadilha deve ser realizada de forma homogênea (a mesma quantidade de lances) em cada estrato, desde a superfície até próximo do fundo (geralmente de 0,5 a 1 m do fundo).

Procedimento de coleta para ensaios de zooplâncton com armadilha do tipo Schindler-Patalas

- Lançar a armadilha e coletar na profundidade desejada;
- Retirar a armadilha da água, tomando-se o cuidado para que todos os organismos aderidos à rede sejam transferidos para o copo (lavagem com auxílio de uma pisseta, de fora pra dentro) (Figs. 6.30 A, B, C, D, E e F);
- Remover o copo, transferindo a amostra para o frasco de coleta;
- Lavar o copo, com o auxílio de uma pisseta, quantas vezes forem necessárias para a completa remoção dos organismos;
- Ao final de todos os lances, preservar em formol neutralizado na concentração final de 10%. Exemplo: em um frasco com capacidade de 250 mL, adicionar 25 mL de formol neutralizado na amostra e completar com água reagente (no caso de zooplâncton de água doce) ou com água do local (no caso de zooplâncton marinho) até o volume de 250 mL (ver Apêndice A);
- Em amostras de água doce, previamente ao formol, adicionar água gaseificada na proporção de 1:20 (1 parte de água gaseificada:20 partes de amostra) e esperar por 15 minutos, aproximadamente;
- Fechar bem o frasco e mantê-lo ao abrigo da luz.

NOTA1: A concentração de formol 10% utilizada corresponde a concentração de formalina 10% e formaldeído 4%.

NOTA2: A adição de corante (ex.: Rosa-de-Bengala 0,1%) é opcional, sendo indicada para amostras com muitos detritos, podendo ser adicionado imediatamente após a coleta ou no laboratório. Exemplo: Adicionar de 1 a 5 mL (ou mais, dependendo da quantidade de detritos) da solução corante em 250 mL de amostra.



Figura 6.30. Coleta de amostras de zooplâncton com armadilha do tipo Schindler-Patalas: (A) Equipamento posicionado para descida, (B) Equipamento içado após coleta, (C) Amostra sendo filtrada, (D) Desconexão do copo coletor, (E) Transferência da amostra retida no copo coletor para o frasco, (F) Lavagem externa e interna do copo coletor para a retirada de material aderido nas paredes. (B)
Fotos: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

b) Procedimentos de Coleta com Bombas

As bombas de sucção podem ser usadas em estudos qualitativos e quantitativos do zooplâncton. Possibilitam rapidez na coleta, facilidade de manejo, precisão da coleta em diferentes profundidades e do volume de água coletado. Contudo, deve-se selecionar uma bomba cujas engrenagens não fragmentem os organismos, que precisam permanecer intactos para identificação. O diâmetro relativamente pequeno da mangueira de entrada dificulta a captura de organismos maiores e mais ativos, que conseguem evitar a sucção, o que pode ser amenizado colocando-se um funil na extremidade da mangueira para aumentar a área de sucção.

Os tipos de bombas de sucção e os procedimentos para utilização podem ser vistos em Calazans, Muelbert e Muxagata (2011) e Omori e Ikeda (1984).

c) Procedimentos de Coleta com Redes de Plâncton

As redes de plâncton são a aparelhagem mais empregada no estudo do zooplâncton geral. Apesar disto, há um considerável número de erros associados a coletas com redes, desde aqueles decorrentes do arrasto propriamente dito (volume, fuga, escape, seletividade, estrato amostrado, contaminação, colmatagem, distribuição agrupada, eficiência de filtração, etc.) até aqueles associados à perda de organismos que ficam aderidos à malhagem durante a transferência do material para o frasco de coleta. No entanto, as redes de plâncton são preferíveis às garrafas e armadilhas para amostragem em ambientes oligotróficos, onde o zooplâncton é menos abundante ou onde elevada quantidade de biomassa é necessária para as análises.

De uma forma geral, deve-se utilizar redes cujos poros sejam, pelo menos, 25% menores que a largura dos organismos desejados (BOLTOVSKOY, 1981). Para o estudo do zooplâncton, principalmente rotíferos, cladóceros e copépodes de água doce, recomenda-se usar malha com porosidade de 60 a 75 µm, e para o zooplâncton marinho entre 150 e 250 µm. Embora tecamebas (amebas testáceas) possam

estar presentes em amostras coletadas em rede com abertura de malha entre 60 e 75 µm, muitas espécies não são retidas nestas redes devido às suas pequenas dimensões. Portanto, recomenda-se utilizar rede com abertura de malha inferior a 60 µm (preferencialmente de 20 µm) quando houver interesse no estudo destes organismos.

A fuga de organismos, um dos principais problemas relacionados à coleta com rede, pode ser reduzida pelo uso de redes maiores, de cores discretas, sem partes brilhantes, velocidades aumentadas (entre 0,5 e 1,0 m/s), e remoção de acessórios da frente da rede.

Se o objetivo for um estudo quantitativo, deve-se equipar as redes com fluxômetro calibrado entre o centro e a borda da boca da rede, para estimar o volume de água filtrado pelo arrasto. O procedimento para a calibração do fluxômetro está descrito em Hubold (1979). Quando não se dispõe de fluxômetro, pode-se estimar o volume filtrado (m^3) durante o arrasto vertical por meio da fórmula:

volume de água filtrado (m^3) = área da boca da rede (m^2) x profundidade de coleta (m)

Esse procedimento, contudo, não é recomendado por levar a uma estimativa pouco precisa do volume filtrado, devido ao erro introduzido pela colmatagem.

Os arrastos mais empregados na coleta de zooplâncton são o horizontal e o vertical.

Arrasto horizontal

Dá-se preferência à amostragem por arrastos horizontais em determinados estratos, em lugares rasos, próximos às margens, ou onde é grande a influência de fatores físicos, como o vento e correntezas. Este tipo de coleta tem a finalidade de estimar a distribuição e abundância do zooplâncton dentro de uma camada de água em particular. Deve-se fixar um flutuador junto à boca da rede para mantê-la na profundidade desejada.

Procedimento de coleta para ensaios de zooplâncton por meio de arrasto horizontal

- Lançar a rede na água, tomando-se o cuidado de anotar a leitura inicial do fluxômetro;
- Iniciar lentamente o seu deslocamento de forma que a rede fique longe da zona de turbulência causada pelo motor da embarcação;
- A velocidade do arrasto não deve ser superior a 0,5 m/s;
- Depois de decorrido o tempo determinado de arrasto, retirar a rede da água lentamente;
- Imediatamente após a saída da boca da rede da água, anotar a leitura final do fluxômetro;
- No caso da rede apresentar muito material aderido à malha, é recomendável submergi-la parcialmente (deixando a boca da rede fora d'água) a fim de que a água do local empurre, de fora para dentro, os organismos que ficaram aderidos;
- Remover o copo da rede e transferir a amostra para o frasco de coleta;
- Lavar o copo com o auxílio de uma pisseta quantas vezes forem necessárias para a completa remoção dos organismos, principalmente os aderidos às malhas laterais;
- Fixar e preservar em formol neutralizado na concentração final de 10%. Exemplo: em um frasco com capacidade de 250 mL, adicionar 25 mL de formol neutralizado na amostra e completar com água reagente (no caso de zooplâncton de água doce) ou com água do local (no caso de zooplâncton marinho) até o volume de 250 mL (ver Apêndice A);
- Em amostras de água doce, previamente ao formol, adicionar água gaseificada na proporção de 1:20 (1 parte de água gaseificada:20 partes de amostra) e esperar por 15 minutos, aproximadamente;
- Fechar bem o frasco e mantê-lo ao abrigo da luz.

NOTA1: A concentração de formol 10% utilizada corresponde a concentração de formalina 10% e formaldeído 4%.

NOTA2: A adição de corante (ex.: Rosa-de-Bengala 0,1%) é opcional, sendo indicada para amostras com muitos detritos, podendo ser adicionado imediatamente após a coleta ou no laboratório. Exemplo: Adicionar de 1 a 5 mL (ou mais, dependendo da quantidade de detritos) da solução corante em 250 mL de amostra.

Arrasto vertical

A coleta por meio de arrasto vertical é, em geral, mais apropriada do que o arrasto horizontal pois o zooplâncton pode apresentar-se verticalmente descontínuo, com tendência a se concentrar nas camadas mais profundas durante o dia, por exemplo. Entretanto, esse tipo de coleta deve ser realizado em regiões onde os fatores físicos, como correntezas, interferem pouco na coleta da amostra.

Procedimento de coleta para ensaios de zooplâncton por meio de arrasto vertical

- Lançar a rede na água lentamente, tomando-se o cuidado de anotar a leitura inicial do fluxômetro. Na ausência de fluxômetro, anotar a distância percorrida pela rede na coluna d'água, considerando que o cálculo desta distância é feito a partir da abertura (bocal) da rede até a superfície;
- Descer a rede até 0,5-1,0 m acima da superfície do sedimento. É importante que o final da rede (copo) não bata no fundo, evitando a ressuspensão do sedimento e a introdução de interferentes;
- Subir lentamente a rede com velocidade aproximada de 0,5 m/s e, imediatamente após a saída da boca da rede da água, anotar a leitura final do fluxômetro;
- No caso da rede apresentar muito material aderido à malha, é recomendável submergi-la parcialmente (deixando a boca da rede fora d'água) a fim de que a água do local empurre, de fora para dentro, os organismos que ficaram aderidos;
- Remover o copo da rede, vertendo a amostra para o frasco de coleta;
- Lavar o copo com o auxílio de uma pisseta quantas vezes forem necessárias para a completa remoção dos organismos, principalmente os aderidos às malhas laterais;
- Adicionar formol neutralizado em quantidade suficiente para obter uma concentração final de 10%. Exemplo: em frasco com capacidade de 250 mL, adicionar 25 mL de formol na amostra e completar com água reagente (no caso de zooplâncton de água doce) ou com água do local (no caso de zooplâncton marinho) até o volume de 250 mL (ver Apêndice A);
- Em amostras de água doce, previamente ao formol, adicionar água gaseificada na proporção de 1:20 (1 parte de água gaseificada:20 partes de amostra) e esperar por 15 minutos, aproximadamente;
- Fechar bem o frasco e mantê-lo ao abrigo da luz.

NOTA1: A concentração de formol 10% utilizada corresponde a concentração de formalina 10% e formaldeído 4%.

NOTA2: A adição de corante (ex.: Rosa-de-Bengala 0,1%) é opcional, sendo indicada para amostras com muitos detritos, podendo ser adicionado imediatamente após a coleta ou no laboratório. Exemplo: Adicionar de 1 a 5 mL (ou mais, dependendo da quantidade de detritos) da solução corante em 250 mL de amostra.

Diversos cuidados que devem ser tomados ao se coletar o zooplâncton com redes

- a coleta com rede deve ser realizada com o maior cuidado possível, evitando-se sacudidas e golpes contra o casco da embarcação para evitar fuga dos organismos;
- os arrastos com redes finas (de tamanho reduzido de malha) devem ser suficientemente breves para não permitir o entupimento da malha (colmatagem);
- as redes devem ser inspecionadas entre uma coleta e outra, a fim de verificar a existência de furos ou outro tipo de dano à malha, o que exigiria correção imediata;
- é importante limpar a rede entre dois pontos de coleta com água do local; esse procedimento ajuda na desobstrução dos poros do cone filtrante (caso estejam parcialmente entupidos) e evita a presença de organismos de outro local.

d) Fixação e Preservação de Amostras de Zooplâncton

Existem vários produtos citados na fixação e conservação do zooplâncton, sendo o formol (10%) neutralizado e o etanol (70 a 95%) os mais amplamente utilizados. Recomenda-se a adição de formol neutralizado adicionado de sacarose (HANEY; HALL, 1973) para prevenir a distorção da carapaça e a perda de ovos em cladóceros de água doce, e a adição da solução de rosa-de-bengala 0,1% (1 a 5 mL imediatamente após a coleta ou no laboratório), tanto como forma de destacar organismos em ambientes túrbidos, como para controlar a perda de organismos durante a manipulação para o ensaio.

A fixação do zooplâncton deve ser realizada imediatamente após a coleta para evitar a deteriorização e reduzir a predação ainda no frasco. Contudo, alguns grupos zooplanctônicos contraem o corpo com a aplicação do fixador, como alguns rotíferos, dificultando a identificação posterior. Para reduzir esta contração, pode-se refrigerar rapidamente a amostra viva, ou adicionar um pouco de água quente,

água exaurida de gases (água fervida e posteriormente resfriada) ou água gaseificada na proporção de 1 parte de água gaseificada para 20 partes de amostra concentrada (GANNON; GANNON, 1975), logo após a coleta. Esperar 15 minutos e adicionar o formol.

Apesar do formol ser o conservante mais utilizado, devido a sua toxicidade, pode-se empregar outros, como o etanol 70 ºGL. Amostras preservadas com formol no campo podem ser transferidas para etanol 70% no laboratório, sendo a condição ideal para armazenamento por longos períodos (APHA; AWWA; WEF, 2023, REID, 1999). O etanol é também indicado para a preservação de amostras, imediatamente após a coleta, para fins de análise molecular dos organismos. Quando da utilização do etanol em campo, utilizar etanol absoluto, já que o etanol 70% adicionado em uma amostra será diluído, resultando em uma concentração inadequada para preservação.

Amostras de zooplâncton conservam-se por longos períodos, desde que estejam armazenadas em locais abrigados de luz, com temperaturas entre 5 e 20 ºC, e o nível da solução conservadora seja periodicamente verificado. Não se recomenda manter as amostras de zooplâncton por longos períodos em formol, mesmo neutralizado, pois os organismos tornam-se quebradiços e pode ocorrer a perda de cerdas nos microcrustáceos, sendo indicada a manutenção em etanol 70% com glicerina 1% (APHA; AWWA; WEF, 2023, REID, 1999).

6.1.10.5 Macrófitas Aquáticas

O termo macrófitas aquáticas refere-se a plantas superiores de tamanho macroscópico que habitam os ambientes aquáticos. Este grupo apresenta uma grande heterogeneidade filogenética e taxonômica, podendo incluir desde macroalgas, pteridófitas até angiospermas. Alguns dos gêneros mais conhecidos são os aguapés (*Eichhornia*), alface-d'água (*Pistia*), vitória-régia (*Victoria*) e taboa (*Typha*). Sua presença é mais notada na região litorânea dos ambientes aquáticos, incluindo ambientes de água doce, estuarinos e marinhos, sendo

possível classificá-las em grupos distintos, conforme seu biótipo. Elas podem ser plantas enraizadas, emersas, com folhas flutuantes ou submersas. Outros grupos são as plantas livres submersas ou flutuantes. A sua distribuição espacial no ambiente depende do grupo a que pertencem. Plantas enraizadas com folhas emersas ou flutuantes estão condicionadas à profundidade, já que seus pecíolos têm um limite físico de comprimento, sobretudo no que diz respeito às trocas gasosas. As plantas submersas enraizadas são limitadas pela transparência da água. Já as plantas flutuantes e as submersas livres têm outras limitações como nutrientes, vento e correnteza, por isso não são frequentes em ambiente lóticos, mas sim em reservatórios, podendo inclusive se transformar em um problema para o abastecimento, geração de energia e navegação. A contribuição das macrófitas aquáticas na produtividade de um ecossistema e na criação de habitats para o desenvolvimento de outras espécies justifica a sua importância.

As metodologias de utilização de macrófitas aquáticas como instrumento de monitoramento de ambientes aquáticos podem ser divididas em duas linhas básicas: a primeira que utiliza as alterações na composição das comunidades como indicadoras de um impacto (estudos fitossociológicos) e a segunda que utiliza ensaios químicos do material vegetal para determinar a eventual bioacumulação de contaminantes (estudos de bioacumulação). Podem ainda, incluir estudos das comunidades associadas, como o perifíton, zooplâncton, macroinvertebrados e ictiofauna.

Macrófitas aquáticas são amplamente utilizadas como bioindicadoras da qualidade da água de ambientes lênticos e lóticos. Entretanto, torna-se necessário que haja o conhecimento prévio das suas características, bem como das condições que limitam sua ocorrência e crescimento, da proliferação e manejo da espécie utilizada.

a) Estudos Fitossociológicos

Esses estudos pressupõem um levantamento detalhado da composição específica dos diferentes ecossistemas e levam em considera-

ção tanto as variações de habitats como as variações sazonais. Alguns artigos apresentam a listagem de espécies encontradas em diferentes regiões do Brasil (IRGANG; GASTAL JÚNIOR, 2003), mas muitas delas são consideradas semicosmopolitas. Para a identificação até nível de espécie, algumas vezes é necessário recorrer às partes reprodutivas, apesar de existirem chaves mais direcionadas às partes vegetativas (COOK, 1996, HOEHNE, 1979).

Existem algumas metodologias para levantamentos qualitativos e quantitativos, sendo mais utilizados para ambientes aquáticos os métodos de parcelas, por meio de amostragem aleatória ou em transectos. Em Pott e Pott (2003) são apresentados métodos de levantamento em transectos com diagrama de distribuição de espécies em relação à profundidade e distância da borda. Pode-se ainda, a partir destes levantamentos, calcular a porcentagem de cobertura ou de abundância/dominância das diferentes espécies. Em APHA, AWWA e WEF (2023), são apresentados métodos de mapeamento, incluindo o sensoriamento remoto, métodos de levantamento das populações de macrófitas aquáticas, metodologias de coleta e abordagens quantitativas, bem como métodos para a avaliação de produtividade. Para avaliações de biomassa deve-se considerar que a biomassa de plantas enraizadas está em grande parte enterrada. Para maiores informações recomenda-se a consulta a Bicudo e Bicudo (2004).

Técnicas de levantamento utilizadas:

- Imagens de satélite (por exemplo, Landsat)
- Imagens de satélite de alta resolução (por exemplo, Ikonos)
- Fotografias aéreas georreferenciadas
- Levantamentos em campo (GPS e SIGs)
- Videografia digital
- Ecobatimetria tridimensional

b) Determinação da Biomassa de Macrófitas

A biomassa de macrófitas é o peso do material vegetal contido acima e abaixo da lâmina d'água, inclusive do material presente no interior do sedimento, expresso por unidade de área.

Por intermédio de um amostrador de área conhecida, um quadro ou parcela introduzida no local selecionado do banco de macrófitas aquáticas, coleta-se em sacos plásticos todo o material vegetal vivo e morto contido em seu interior. Posteriormente, o material é seco e pesado e o resultado final é expresso por unidade de área (maiores detalhes encontram-se descritos em Pompêo e Moschini-Carlos, 2003).

c) Estudos de Bioacumulação

Os estudos de bioconcentração por macrófitas objetivavam, inicialmente, a redução da concentração de nutrientes no ambiente, por meio das plantas. No entanto, um trabalho realizado por Seidel (1966) demonstrou que *Scirpus lacustre* também era capaz de absorver grandes quantidades de compostos orgânicos, como pentaclorofenol, e Edwards (1975) demonstrou a sua utilidade em estudos com agrotóxicos (DDT) e PCBs.

Mauri *et al.* (1988) fizeram estudos de absorção de mercúrio com *Elodea densa* e determinaram que a absorção podia ocorrer tanto pelas raízes como pelas folhas das macrófitas aquáticas. Também estudaram o processo de descontaminação, que consiste na eliminação dos contaminantes para a água, podendo ainda ocorrer a translocação desses contaminantes do tecido velho para o jovem, ou vice-versa.

Os estudos podem ser passivos (Tab. 6.3), quando se coleta o material em determinado ambiente para ensaio posterior, ou ativos, quando se introduz material não contaminado no meio, para ser recolhido e analisado posteriormente.

TIPO DE COLETA	DEFINIÇÃO	VANTAGENS	DESVANTAGENS
BIOACUMULAÇÃO PASSIVA	• Coleta de macrófitas aquáticas presentes no ambiente	• Utilizam-se espécimes que ocorrem nos locais a serem estudados; • Leva em consideração um possível desenvolvimento de resistência (genético) das populações dos diferentes locais.	• Em estudos sazonais, ou com comparações temporais algumas espécies podem "desaparecer" do ambiente.
ATIVA (OU MÉTODO DE TRANSPLANTE) – BIOACUMULAÇÃO ATIVA	• Consiste em introduzir material não contaminado, no meio, que será posteriormente recolhido e analisado.	• Padronização da idade e material vegetal transplantado. • Podem ser realizadas comparações em qualquer época do ano, e para qualquer período de exposição.	• Deve-se realizar ensaios preliminares dos contaminantes nas amostras. • As amostras introduzidas devem ser marcadas e fixadas para poderem ser recolhidas.
DETERMINAÇÃO DA BIOMASSA	• Coleta de macrófitas aquáticas presentes no ambiente.	• Utiliza-se espécimes que ocorrem nos locais a serem estudados.	• Método destrutivo que elimina material de uma área a ser estudada.

Tabela 6.3. Características principais dos estudos passivos e ativos e determinação de biomassa de macrófitas aquáticas.

6.1.10.6 Comunidade de Macroinvertebrados de Água Doce

Os macroinvertebrados aquáticos abrangem os invertebrados com tamanho superior a 0,2 mm, consequentemente, visíveis ao olho nu. São amplamente utilizados como indicadores da qualidade ecológica de ecossistemas aquáticos e seus componentes podem viver associados a macrófitas aquáticas ou ao filme de tensão superficial da água, nadar ativamente na coluna de água ou colonizar os substratos de fundo destes ambientes. Neste último caso, são denominados bentos que, por sua íntima relação com os sedimentos, são utilizados na avaliação da qualidade desta matriz.

Em projetos que integrem ensaios químicos, físicos, biológicos e ecotoxicológicos dos sedimentos, a coleta de amostras para ensaio da comunidade bentônica deve anteceder a dos demais parâmetros, minimizando-se assim o efeito da perturbação do sedimento pelo

equipamento de coleta, que pode provocar a fuga ou a "lavagem" dos organismos.

A escolha do amostrador a ser empregado na coleta da fauna bentônica depende do objetivo do trabalho, do tipo de ambiente a ser estudado e do substrato encontrado no local de coleta.

Os amostradores podem ser classificados em:

- Pegador – captura, em área, uma porção do sedimento do ambiente em amostragem;
- *Corer* – captura, em profundidade, uma porção do sedimento do ambiente em amostragem;
- Rede e Delimitador – capturam, em área, mediante perturbação manual do substrato;
- Substrato artificial – captura, como armadilha de colonização, por um tempo pré-estabelecido, sem destruir ou perturbar o ambiente em amostragem.

Amostragens qualitativas e semiquantitativas de macroinvertebrados aquáticos podem ser obtidas com o uso de qualquer tipo de amostrador. Em amostragens semiquantitativas com redes, o esforço amostral deverá ser padronizado (tempo, área de coleta ou número de passadas de redes). Quando empregados delimitadores, pegadores ou *corers*, uma vez que a área destes equipamentos está determinada, padroniza-se o número de unidades amostrais, o mesmo valendo para substratos artificiais.

Em geral, amostragens com a padronização do número de passadas de rede se destinam a um levantamento faunístico completo (exaustivo), em que todos os tipos de habitat do ponto de coleta devem ser investigados (estratégia multihabitat), mesmo que para isso seja necessária a utilização de outros métodos e/ou equipamentos. Embora este tipo de coleta consuma menos tempo, a experiência e habilidade do operador tornam-se fundamentais, pois é necessário que se defina, em campo, todos os diferentes tipos de habitat a serem amostrados.

No ensaio de bentos, geralmente, toda a pegada é considerada, inclusive a água que acompanha a amostra, mas, quando o objetivo focar apenas na infauna, a água sobrenadante deverá ser sifonada e descartada.

Nem todo tipo de amostrador se presta para amostragens quantitativas, já que é necessária a existência de uma área amostral definida, como em pegadores, *corers* e delimitadores. Embora o número necessário de réplicas para tais amostragens seja calculável a partir de dados obtidos em estudos piloto, frequentemente, em programas de monitoramento, estabelece-se como três a quantidade mínima de unidades amostrais, considerando-se o tempo de processamento das análises e a necessidade de fornecimento rápido dos resultados. Entretanto, a obtenção de cinco réplicas aumentaria a precisão e a exatidão estatística do dado e, portanto, seria ideal.

Ao se realizar amostragem de organismos bentônicos ou de sedimento para ensaio físico-químico é desaconselhável a coleta sobre pontes, uma vez que o sedimento sob uma ponte não é o natural do curso do rio.

Muitos pegadores, ao descerem, formam ondas de choque na coluna d´água que promovem uma lavagem na superfície a ser coletada e, consequentemente, subestimam as populações bentônicas amostradas. O controle da velocidade de descida reduz esse problema, mas o ideal é adotar aparelhos que apresentem mecanismos ou estruturas que minimizem essa perturbação do substrato.

O pegador do tipo Ekman-Birge solucionou satisfatoriamente esse problema ao apresentar portinholas duplas em sua face superior, que se abrem na sua descida e se fecham na subida. Sua eficiência na coleta de amostras da zona profundal de lagos e reservatórios, onde predominam sedimentos finos, tem sido demonstrada em uma série de trabalhos comparativos e, de fato, esse é o equipamento mais empregado em estudos de bentos destes locais. O *corer* múltiplo pode ser também uma boa opção, principalmente na amostragem de

populações de menor tamanho e que se enterram profundamente, como de vermes Oligochaeta e larvas de Chironomidae. Já o *corer* simples, que possui área amostral restrita, requer um maior número de réplicas para estimativas populacionais confiáveis. Em ambos os casos, a amostragem de organismos de maior porte, como os grandes bivalves sul-americanos, é comprometida pela pequena área de captura deste tipo de equipamento. A Ekman modificada por Lenz e os equipamentos do tipo *corer* permitem fracionamento da amostra de sedimento e, consequentemente, estudos da distribuição vertical das populações bentônicas.

Na zona marginal de lagos e reservatórios e em rios, onde o substrato tende a ser mais grosso e duro, o pegador do tipo Ponar é o que tem sido considerado o melhor equipamento para amostragens quantitativas de bentos, sendo, por essa razão, o mais frequentemente usado. Sua versão maior (523 cm^2) tem sido recomendada para ambientes preservados, enquanto para ambientes poluídos, tem se considerado suficiente a área de pegada da versão menor (232 cm^2). Os pegadores do tipo Petersen e van Veen, assim como o modelo modificado que funde esses dois aparelhos, também têm sido utilizados, embora não apresentem soluções eficientes ao problema da formação de ondas de choque.

As redes manuais servem à coleta de macroinvertebrados em ambientes rasos, como córregos, ribeirões, margens pedregosas e trechos encaichoeirados de rios de médio porte e região litorânea de lagos e reservatórios, e também para a amostragem da fauna associada às macrófitas aquáticas. Em riachos rasos (profundidade inferior a 30 cm), a rede "D" para coleta com o método *kick sampling*, em que o coletor perturba o fundo com os pés (deslocando os organismos para dentro da rede) ou por arraste, e os delimitadores, que apresentam áreas de amostragem definida, são ideais para a coleta de macroinvertebrados aquáticos. No primeiro caso, é interessante padronizar e anotar o tempo ou a área de amostragem para que se obtenha dados semiquantitativos que permitem avaliar potenciais dominâncias por

algum grupo de organismos e comparar resultados. A abertura de malha das redes pode variar (de 0,35 a 0,6 mm) e, embora as malhas mais finas retenham populações de menor tamanho e indivíduos em estágios iniciais de desenvolvimento, essas promovem maior perda de material por refluxo. Na coleta com equipamentos do tipo Surber ou Hess, em que o substrato é perturbado com as mãos, é recomendado o uso de luvas grossas para proteção contra objetos cortantes. Nas coletas com redes e delimitadores, organismos de maior porte, visualizados no momento da coleta, podem ser retirados manualmente da área de coleta e colocados em frascos, sem serem jogados na rede. Com este cuidado, preserva-se sua integridade estrutural e facilita sua identificação.

A amostragem com substrato artificial tem como maiores vantagens não ser destrutiva e padronizar o substrato de coleta. Porém, é preciso que se tenha em mente que as comunidades que colonizam os substratos frequentemente diferem daquelas encontradas no substrato natural. Na instalação desses equipamentos é preciso se preocupar em minimizar perdas por vandalismo e inundações. A recuperação deve ser realizada ao mesmo tempo, de forma que todos os substratos artificiais tenham sido teoricamente submetidos ao mesmo processo de colonização. A definição do período entre instalação e coleta em cada local sob investigação é feita por estudo prévio, que avalia o tempo necessário para a colonização e estabilidade da biota do substrato.

Em ambientes profundos, turbulentos e de fundo heterogêneo, onde os pegadores e *cores* podem não ser eficazes e a correnteza do local não permita o uso de substratos artificiais, o amostrador por sucção pode ser a única opção de amostragem das comunidades bentônicas. Embora haja necessidade de adequação do barco de apoio e de equipe especializada para seu desenvolvimento, um projeto deste equipamento foi testado e está descrito em Kikuchi, Fonseca-Gessner e Shimizu (2006).



Figura 6.31. Bomba de sucção para amostragem das comunidades bentônicas: (A) Colocação do delimitador na água com a bomba ligada; (B) Passagem do sedimento pela rede.
Foto: Regina M. Kikuchi/IFB/Banco de imagens CETESB.

Assim como o método, o local de amostragem varia também com o objetivo do trabalho. Por exemplo, em estudos que se destinem à avaliação da qualidade de sedimento, a coleta da fauna bentônica deve ser realizada na zona de deposição de sedimentos finos, onde espera-se maior concentração de contaminantes, ou seja, na margem deposicional ou remansos em rios e na região profundal em reservatórios e lagos. Neste caso, é adequado o uso de pegadores ou *corers*. Por outro lado, amostragens do bentos da zona sublitoral servem aos estudos de gradientes ambientais dentro de um reservatório. Já a aplicação de índices bióticos em riachos pede uma amostragem exaustiva, ou seja, de todos os tipos de habitat existentes no ponto de coleta, devendo, dependendo do índice a ser aplicado, ser qualitativa ou semiquantitativa.

Alguns dados físicos e químicos devem acompanhar a amostragem de macroinvertebrados aquáticos para facilitar a discussão posterior dos resultados. A listagem completa de variáveis dependerá do local e do objetivo do projeto, mas pode-se considerar como medidas mínimas a serem tomadas: profundidade, área do amostrador ou tempo de colonização, esforço amostral, granulometria, teor de matéria orgânica e de umidade no sedimento, transparência da água, velocidade da corrente, tipo de ambiente coletado (canal ou margem/corredeira ou remanso para rios e riachos; litoral, sublitoral ou

profundal para reservatórios e lagos) e teor de oxigênio dissolvido e temperatura da água de fundo.

As amostras podem ser acondicionadas em sacos plásticos reforçados ou potes de plástico, sempre devidamente etiquetados com as informações: identificação do projeto, nome do ambiente, habitat(s) amostrado(s), data e hora da coleta. Quando fixadas em campo, com formol em concentração final de 4 a 10% ou etanol 70 °GL, as amostras não necessitam de resfriamento. Amostras coletadas em sacos devem ser acondicionadas de forma a evitar extravasamento durante o transporte (recomenda-se não empilhar os sacos). No caso da não possibilidade de fixação em campo, é aconselhável armazenar a amostra em gelo e encaminhá-la o mais rápido possível para o laboratório.

Quando a coleta for realizada em local muito distante, envolvendo um período de amostragem prolongado, é recomendado que as lavagens das amostras coletadas com pegador ou *corer* sejam efetuadas em campo para facilitar o transporte, já que se reduz o volume de material. Para tanto, é necessário levar para campo a rede ou a peneira de lavagem, cuja malha é definida de acordo com o objetivo do estudo.

a) Bioacumulação

Por viverem nos sedimentos, destino final de muitos contaminantes que entram nos ecossistemas aquáticos, diversos grupos da macrofauna bentônica são utilizados em estudos de bioacumulação, a partir da análise das concentrações corpóreas de determinado composto ou elemento químico. Moluscos, crustáceos, anelídeos e larvas de insetos são amostrados pelas técnicas já mencionadas. Em campo, os organismos são separados vivos da amostra de substrato com auxílio de rede, para remoção de sedimentos finos, bandeja branca e pinças de aço inoxidável ou de outro material inerte. Depois de separados, os organismos devem ser armazenados em frascos preenchidos com água do local e mantidos em gelo até o laboratório, onde serão identificados, separados em frascos individuais e congelados até serem submetidos à análise química. Se o estudo a ser realizado requerer a eliminação do

conteúdo estomacal, os organismos deverão ser mantidos vivos por 24 horas na água do local.

b) Cuidados na Coleta

Alguns cuidados para prevenir erros de amostragem ou contaminação da amostra por organismos que não pertençam ao local devem ser tomados na coleta. Essas ações dependem do tipo de amostrador usado e estão apontadas a seguir.

Cuidados na coleta para ensaios de macroinvertebrados de água doce com pegadores e *corers*

- Desconsiderar amostras quando o pegador ou *corer* não tiver fechado corretamente;
- Amostras ideais devem ter volume correspondente a cerca de 2/3 da capacidade total do amostrador;
- Lavar o amostrador entre dois pontos de coleta;
- Cada amostra corresponde ao volume de uma pegada.

Cuidados na coleta para ensaios de macroinvertebrados de água doce com substrato artificial (cesto com pedras)

- Procurar subir rapidamente o amostrador, de modo a minimizar a fuga de organismos com maior mobilidade;
- Inserir o cesto em sacos plásticos etiquetados, antes de passar pelo filme de tensão superficial, ou rede, também para evitar perda de organismos.
- Cada amostra corresponde ao conteúdo de um cesto.

Cuidados na coleta para ensaios de macroinvertebrados de água doce com redes e delimitadores

- Amostrar todo tipo de habitat (por exemplo, canal, margens, vegetação e remansos) existente no ponto de coleta;
- Não perturbar o ambiente a montante do amostrador, ou seja, processar a amostragem de jusante para montante;
- Evitar o escape de material pelas laterais da rede e pela face inferior dos delimitadores;
- Concentrar o conteúdo aprisionado no fundo da rede, lavando-a com água do local, e despejar o concentrado em frasco de coleta etiquetado;
- Cada amostra corresponderá ao conteúdo de um esforço amostral (tempo ou área para a rede e unidade de área para os delimitadores).

6.1.10.7 Comunidade Bentônica Marinha

Esta comunidade abrange organismos sésseis, cavadores ou que se locomovem ou se arrastam sobre o substrato. Seus representantes ocupam toda a área desde o nível da maré alta até profundidades abissais, compreendendo diversos tipos:

- Formas sésseis: animais tais como, corais, esponjas, cracas, mexilhões, poliquetas, algas macroscópicas e muitas diatomáceas;
- Formas que se locomovem ou se arrastam, como por exemplo: crustáceos (camarões, caranguejos, lagostas, copépodes, anfípodes e isópodes), equinodermos, cnidários, protozoários, moluscos (bivalves e gastrópodes) e alguns peixes;
- Formas cavadoras: maioria dos bivalves e poliquetas, alguns crustáceos e equinodermos.

De acordo com o tamanho, os organismos da comunidade bentônica são geralmente classificados em:

- Macrofauna ou macrobentos: compreende os organismos retidos pela peneira com malha de 0,5 mm (equivalente à ABNT n.º 35). Enquadram-se nesta categoria a maioria dos organismos cavadores ou perfuradores de sedimentos inconsolidados, e os organismos que se locomovem sobre substrato consolidado, incluindo os mais ativos;
- Meiofauna ou meiobentos: inclui a maioria dos menores metazoários, que passam através da malha de 0,5 mm (ABNT n.º 35), e se subdivide em:
- Meiofauna temporária: composta pelos representantes jovens, pertencentes a qualquer grupo da macrofauna que possuem estágios juvenis bentônicos; podem ser muito abundantes em certos locais de amostragem;
- Meiofauna permanente: composta por animais adultos de pequenas dimensões, tais como: rotíferos, gastrotríquios, tardígrados, ostracóideos, nematódeos e alguns gastrópodes;

- Microfauna: organismos que necessitam de técnicas microscópicas especiais para serem examinados. Incluem protozoários e outros seres de dimensão semelhante.

Deve-se assinalar que uma determinada comunidade bentônica vive em um tipo de substrato, o qual, por sua vez, representa um certo conjunto de condições físicas e químicas do local de coleta.

Outros aspectos gerais influenciam a distribuição da comunidade bentônica:

- Profundidade: a densidade e a diversidade dos organismos tendem a decrescer com o aumento da profundidade das estações de amostragem; quanto maior a profundidade, mais superficialmente serão encontrados os organismos cavadores;
- Latitude: a densidade e a variedade de organismos aumentam da região polar em direção ao equador;
- Sedimento: o número e a diversidade de organismos diminuem com o substrato mais grosso e aumentam com o mais fino; em geral, locais de sedimentos mais finos não estão tão sujeitos às ações de ondas ou correntes e estão localizados perto de estuários ou desembocadura de rios, onde há maior taxa de sedimentação de partículas orgânicas e certa oscilação na salinidade. Em sedimentos arenosos, há grande quantidade de organismos cavadores, e em fundos mais finos e moles a fauna cavadora é menos abundante.

a) Costão Rochoso

Na superfície do costão rochoso desenvolve-se uma comunidade biológica adaptada tanto a se fixar nesse tipo de substrato, como a suportar o embate e a oscilação das marés (zona entremarés), sujeita a níveis variáveis de dessecação, variação da temperatura, salinidade, luminosidade, etc. Por essa razão, a comunidade biológica desses ambientes apresenta distribuição espacial em estratos (zonação) ao longo do gradiente vertical do substrato, que também apresentam variação ao longo das estações do ano.

Tendo em vista essas particularidades, para o estudo dessas comunidades é fundamental estabelecer um protocolo de coleta e amostragem que atenda aos objetivos do pesquisador, cujas principais abordagens estão contempladas a seguir.

Visando considerar o gradiente espacial peculiar a estes ambientes, salvo se o objetivo da pesquisa tenha foco em um único estrato, o protocolo deve incluir o estabelecimento de transectos verticais. Ressalta-se que esse tipo de coleta deve ser realizado durante baixa-mares de sizígia, com consulta prévia à tábua das marés editada pela DHN (Diretoria de Hidrografia e Navegação), disponível em https://www.marinha.mil.br/chm/tabuas-de-mare, referente ao porto mais próximo ao local de coleta. Para coletas que visem monitoramento e requeiram visitas periódicas, é importante que os transectos sejam marcados de forma conspícua e permanente, com tinta epóxi ou com pinos de aço.

Em geral, os estudos são realizados por meio de amostragens não destrutivas, sendo que as estimativas de densidade e de cobertura podem ser realizadas tanto *in loco* como por fotografia.

Determinação da porcentagem de cobertura por grupos taxonômicos sésseis dominantes (amostragem semiquantitativa)

A determinação da porcentagem de cobertura por organismos sésseis dominantes pode ser realizada por meio de contagem direta ou pelo método fotográfico no próprio local.

O método fotográfico consiste na utilização de uma câmera fotográfica subaquática, com acessório auxiliar denominado *close-up* para assegurar que as fotos sejam tomadas sempre no mesmo ângulo (perpendicular ao substrato) e distância padronizada. O acessório *close-up* (apresentado em detalhe no Capítulo 5) é uma moldura acoplada a uma lente específica, a qual é acoplada à câmera fotográfica. O uso de *flashes* estroboscópicos aprimora a qualidade da imagem em áreas sombreadas ou de inclinação negativa e permite a tomada de imagens noturnas, importante em períodos em que as marés mais amplas ocorrem à noite. Coutinho e colaboradores (2015) sugerem máquina fotográfica digital em resolução mínima de 3 megapixels, e 300 pontos por polegada – dpi.

Procedimento para contagem *in loco* de organismos sésseis dominantes do bentos marinho do costão rochoso

- Selecionar uma área no costão, cuja largura deve estar relacionada ao grau de homogeneidade da superfície. Superfícies mais heterogêneas devem ter largura maior;
- Em caso de locais formados por matacões, estabelecer subáreas similares quanto à inclinação, orientação geográfica e hidrodinamismo;
- Demarcar a largura da área de amostragem por meio de dois pinos de aço cravados à rocha, acima da zona ocupada pela comunidade biológica. Os pinos, além de marcar a área, servem como encaixe para parafusos utilizados na amarração das cordas e como sustentação ao pesquisador;
- Unir os dois pinos por meio de uma corda graduada a intervalos regulares, compatível com a altura do delimitador de campo utilizado;
- Sortear, previamente em laboratório, as marcas da corda que irão orientar a colocação do delimitador sobre a área de ocupação a ser amostrada;
- Em campo, posicionar o delimitador (ver Capítulo 5) na direção da marcação sorteada, sobre a população a ser amostrada, e contar as interseções sob as quais os indivíduos dessa população ocorrem;
- Anotar o resultado em uma ficha de campo contendo local, data, horário do registro, espécie, denominação do ponto de amostragem e do número da réplica. Por causa dos respingos das ondas e condições de trabalho em dias chuvosos e, como papel/caneta especiais são de difícil aquisição, as anotações de campo podem ser realizadas à lápis em placas de PVC ou poliestireno.

NOTA: Os organismos com identificação duvidosa devem ser coletados, dispostos em frascos com tamanho proporcional ao tamanho dos indivíduos e preservados (ver Apêndice A) para confirmação taxonômica em laboratório, ou para envio à especialista.

Procedimento para contagem pelo método fotográfico de organismos sésseis dominantes do bentos marinho do costão rochoso

- Selecionar uma área no costão, cuja largura deve estar relacionada ao grau de homogeneidade da superfície. Superfícies mais heterogêneas devem ter largura maior;
- Em caso de locais formados por matacões, estabelecer subáreas similares quanto à inclinação, orientação geográfica e hidrodinamismo;
- Demarcar a largura da área de amostragem por meio de dois pinos de aço cravados à rocha, acima da zona ocupada pela comunidade biológica;
- Unir os dois pinos por meio de uma corda graduada a intervalos regulares na mesma largura da área padronizada pelo delimitador da máquina;
- Em campo, posicionar o delimitador da câmera fotográfica na direção da marcação sorteada, sobre a população a ser amostrada, e obter a fotografia. O recurso de flash permite a obtenção de fotos durante a noite;
- Em laboratório, as fotos são processadas em computador, por meio de editores de fotos. É possível realizar a análise visual com o auxílio de um projetor multimídia, sendo as fotos projetadas contra uma superfície branca subdividida em 100 pontos de interseção homogeneamente distribuídos, sendo contados os pontos de interseção sob os quais indivíduos da população estão presentes;
- Para o processamento em computador, ainda é possível utilizar software específico para aplicações ecológicas, como por exemplo o programa utilizado por Coutinho *et al*. (2015) *photoQuad*, que analisa amostras fotográficas 2D (TRYGONIS; SINI, 2012), disponível em: https://www.mar.aegean.gr/sonarlab/photoquad/ ou o *Coral Point Count with Excel extensions* utilizado por Koutsoukos (2012, apud KOHLER; GILL, 2006).

Determinação da estrutura espacial (zonação)

Procedimento para contagem *in loco* para determinação da estrutura espacial de organismos do bentos marinho do costão rochoso

- Estabelecer um transecto vertical no costão, com 50 cm de largura (caso se opte pelo uso de um delimitador de 50 cm de lado). A delimitação do transecto é feita com a utilização de dois pinos de aço cravados à rocha acima da comunidade biológica, distanciados em 50 cm. Dois pinos também podem ser cravados na rocha no limite inferior da zona entremarés, para que assim a área de amostragem esteja delimitada;
- Unir os pinos superior e inferior com uma corda em ambos os lados do transecto, formando um trilho que vai direcionar o delimitador (ver Capítulo 5) ao longo do transecto. A corda é previamente marcada (com lápis dermatográfico ou tinta indelével, por exemplo) a intervalos de 10 cm (caso se opte pelo uso de um delimitador de 10 cm de altura), para auxiliar o posicionamento do delimitador nos diferentes níveis do costão;
- Posicionar, inicialmente, o delimitador próximo à linha d'água ou base da rocha, conforme o caso.
- Para estudos semiquantitativos (onde se avalia porcentagem de cobertura), contar o total de quadrículas no interior das quais cada espécie encontra-se presente. Já para estudos quantitativos o delimitador é utilizado como balisador para a contagem dos organismos relativa à área em questão;
- Coletar os organismos (animais e vegetais) com identificação duvidosa para confirmação taxonômica em laboratório ou para envio a especialistas.
- Coletar os organismos vivos e acondicionar em frascos com tamanho condizente com o tamanho dos indivíduos e com tampa de boa qualidade. Preservar conforme Apêndice A.
- Etiquetar os vidros com identificação do local e data de coleta, nível do transecto, quando for o caso. É importante que, além das etiquetas externas, sejam feitas etiquetas internas em papel vegetal, escritas a lápis ou caneta com tinta a prova d'água, pois as externas podem ser danificadas ou perdidas.
- Repetir o procedimento paulatinamente, nível a nível no costão, obedecendo-se as marcações da corda, até o limite superior de distribuição da comunidade.

Procedimento para contagem pelo método fotográfico de organismos do bentos marinho do costão rochoso para determinação da estrutura espacial

- Estabelecer um transecto vertical no costão. A delimitação do transecto é feita com a utilização de dois pinos de aço cravados à rocha, um acima dos limites da comunidade biológica, e outro próximo à linha d'água ou base da rocha;
- Unir os pinos por uma corda com marcações feitas a intervalos compatíveis com o delimitador acoplado à câmera, constituindo um transecto perpendicular à linha d'água;
- Tirar fotografias digitais contíguas, desde o nível superior até o nível próximo à base da rocha ou linha d'água;
- Em laboratório, processar as fotos em computador, por meio de editores de fotos. É possível realizar a análise visual com o auxílio de um projetor multimídia, sendo as fotos projetadas contra uma superfície branca subdividida em 100 pontos de interseção homogeneamente distribuídos, sendo contados os pontos de interseção sob os quais indivíduos da população estão presentes;
- Para o processamento em computador ainda é possível utilizar software específico para aplicações ecológicas, como, por exemplo, o programa utilizado por Coutinho *et al*. (2015) *photoQuad*, que analisa amostras fotográficas 2D (Trygonis; Sini, 2012), disponível em: https://www.mar.aegean.gr/sonarlab/photoquad/) ou o *Coral Point Count with Excel extensions* utilizado por Koutsoukos (2012, apud GILL, 2006).

Amostragem qualitativa

Procedimento para coleta de amostras para ensaios qualitativos do bentos marinho do costão rochoso

- Estabelecer uma área padrão de amostragem, representativa do costão de estudo, a qual comporte a estrutura fisiográfica dominante da área de interesse;
- Padronizar, tanto quanto possível, o tamanho da área amostral, o tempo de coleta (esforço amostral) e o nível de detalhamento em coletas sucessivas e entre pontos de coleta;
- Registrar as ocorrências dos organismos em ficha de campo;
- Coletar os organismos (animais e vegetais) com identificação duvidosa para confirmação taxonômica em laboratório, ou para envio a especialistas;
- Coletar os organismos vivos e acondicionar em frascos com tamanho condizente com o tamanho dos indivíduos e com tampa de boa qualidade;
- Etiquetar os vidros com identificação do local e data de coleta, nível do transecto, quando for o caso. É importante que além das etiquetas externas, sejam feitas etiquetas internas, em papel vegetal, escritas a lápis ou caneta com tinta a prova d'água, pois as externas podem ser danificadas ou perdidas;
- Fixar os invertebrados e as algas em formol neutralizado; animais pequenos podem ser alternativamente preservados com etanol 70 ºGL;
- Estocar as amostras em local escuro até seu processamento para a confirmação da identificação.

b) Praias

As praias são ambientes costeiros compostos basicamente de material inconsolidado mineral, mais frequentemente areias, podendo conter também lodo (silte, argila), cascalhos, pedras roladas, seixos, calhaus, conchas de moluscos, restos de corais, algas calcárias, etc.

Estes ambientes se estendem perpendicularmente à linha da costa, desde o nível de baixa-mar até a zona de vegetação permanente, restingas, dunas e falésias, sendo divididos em porções denominadas antepraia e pós-praia. A antepraia representa a zona entremarés propriamente dita, a qual recebe os efeitos das ondas, enquanto a pós-praia só é atingida pelos borrifos das ondas, ou ocasionalmente em marés vivas excepcionais.

Comumente, para amostragem de comunidades em praias, utilizam-se amostradores ou delimitadores (cilíndricos ou em forma de caixa) com tamanhos variáveis, aplicados em transectos contínuos ou não, perpendiculares à linha d'água, também com largura e número de réplicas definidas pelo pesquisador.

Para a coleta, os delimitadores são introduzidos no sedimento até a profundidade de objetivo do estudo (10 cm ou mais) sendo o material coletado com o próprio delimitador ou com o auxílio de uma pequena pá.

As amostras devem ser lavadas preferencialmente com água do próprio local, logo após a amostragem, para evitar choque osmótico.

Considerando que durante a preservação muitos organismos se contraem, dificultando a observação de estruturas importantes para a sua identificação, alguns taxonomistas solicitam que os organismos sejam "anestesiados" antes da fixação com formol ou com etanol. Deste modo, é importante que se contate os especialistas, para indicação, ou não, do anestésico a ser utilizado.

Procedimentos detalhados a respeito dessas metodologias podem ser encontrados em Amaral *et al*. (1994a, 1994b, 1988, 1995a,

1995b, 1991, 1990), Belúcio *et al.* (1989, 1995), Caramaschi (1987), Leite e Ferreira (1988), Leite, Ramos e Soto-Espinoza (1992), Lopes (1993); Lopes, Amaral e Morgado (1989); Monteiro (1980), Morgado *et al.* (1994), Pardo e Morgado (1993), Pardo *et al.* (1994), Reis *et al.* (1994), Rodrigues *et al.* (1986), Salvador, Amaral e Morgado (1995), Rosa Filho *et al.* (2015) e Shimizu (1990, 1992, 1994).

No que diz respeito às praias, as principais variáveis ambientais a serem determinadas em estudos das comunidades biológicas são o declive e a topografia (perfil), as características granulométricas do sedimento e o hidrodinamismo, uma vez que são determinantes da sua estrutura. A metodologia de amostragem de declive e perfil de praias encontra-se na Tabela 6.4.

EQUIPAMENTO	Declivímetro, nível de bolha, metros dobráveis (descrito de modo simplificado em Rosa Filho *et al.* 2015).
FORMA DE AMOSTRAGEM	Ao longo do transecto, perpendicular à linha d'água, em medidas lineares contíguas.
ÁREA DE AMOSTRAGEM	Limitada pelas franjas do infralitoral e supralitoral.
RÉPLICAS	Depende do objetivo do trabalho. Coletas nos cantos das praias possibilitam uma melhor caracterização. Se for viável apenas uma réplica em cada ponto, deve-se padronizar as coletas no meio das praias.

Tabela 6.4. Metodologia de amostragem de declive e perfil de praias.

c) Infralitoral

O infralitoral é o ambiente marinho ou estuarino, abaixo da zona entremarés, que está permanentemente submerso.

Coleta quantitativa

Em regiões estuarinas ou costeiras, de um modo geral, as coletas são realizadas com o auxílio de um pegador de fundo, do tipo van Veen ou Petersen. Em maiores profundidades, é preferível utilizar pegadores de maior capacidade e mais pesados, para favorecer a coleta do sedimento e não serem muito arrastados pela corrente.

Procedimento de coleta para ensaios quantitativos do bentos marinho no infralitoral

- Puxar o pegador para bordo (com auxílio de guincho elétrico ou manualmente, preferencialmente com o auxílio de um "pau de carga") após o equipamento "agarrar" o fundo, e abrí-lo no interior de uma cuba de polietileno de tamanho compatível com as dimensões do equipamento e volume coletado;
- Desprezar o material e repetir o procedimento, caso o volume de sedimento amostrado não seja representativo (no mínimo dois terços do volume do amostrador). No caso de coleta de comunidade de invertebrados bentônicos, aconselha-se mover a embarcação de modo a não coletar na área que já sofreu interferência. Para uma amostragem representativa da comunidade bentônica em determinado local, em virtude de sua distribuição comumente agregada, sugere-se que sejam efetuadas coletas em replicatas, cujo número vai depender dos objetivos do projeto e da capacidade analítica do laboratório de destino das amostras;
- É importante que se considere cada local de amostragem não como um ponto, mas como uma área, e que as réplicas sejam obtidas nessa área e não exatamente no mesmo local, para que a variabilidade natural seja explorada. Esse aspecto é de fundamental importância para minimizar conclusões equivocadas sobre o ambiente. Recomenda-se, portanto, que se alterne as coletas nas bordas da embarcação e que se derive um pouco entre as diferentes tomadas de amostras;
- Acondicionar as amostras em sacos plásticos reforçados ou lavar em campo, em peneiras de malha 0,5 mm, no caso de triagem de macrobentos (ou malha a ser definida de acordo com o objetivo do projeto) e água do local;
- Muitos organismos se contraem durante a preservação dificultando a observação de estruturas importantes para a sua identificação, sendo recomendado por alguns taxonomistas que os organismos sejam "anestesiados" antes da fixação com formol ou com etanol (CARAMASCHI, 1987);
- Etiquetar por dentro os sacos plásticos de amostra e os frascos de material lavado (com etiqueta em papel vegetal, escritas a lápis) e por fora (com etiqueta a caneta, ou lápis dermatográfico), contendo informações, tais como o número da amostra, o número do ponto de coleta e da réplica, nome do projeto, data de coleta.

Coleta qualitativa

Como uma grande área é amostrada, esse tipo de coleta permite avaliar de modo eficiente a riqueza em espécies da comunidade de macroinvertebrados de uma determinada área, principalmente se o tempo de arrasto for elevado.

Procedimento de coleta para ensaios qualitativos do bentos marinho no infralitoral

- Coletar os organismos com um pegador do tipo draga provido de uma rede com malha compatível com o tamanho de organismos alvo (ver Capítulo 5). Este equipamento opera por arrasto horizontal em regiões estuarinas e áreas marinhas a uma profundidade de até 3 m;
- Após coletado o sedimento, lavar e estocar conforme descrito no item anterior (ver também Apêndice A).

6.1.10.8 Comunidade Nectônica

O nécton é constituído pelos organismos capazes de nadar ativamente contra as correntes, como a grande maioria dos peixes, diversos crustáceos (como o camarão) e uma variedade de moluscos cefalópodes (como as lulas), por exemplo.

A coleta de nécton exercida unicamente com fins de pesquisas por instituições ou pessoas devidamente habilitadas é denominada "pesca científica". Antes de realizar um procedimento de amostragem de nécton é fundamental consultar a legislação de aquicultura e pesca vigente e obter as autorizações necessárias para a atividade.

De acordo com o Código de Pesca (*Decreto-Lei nº 221, de 28 de fevereiro de 1967 – Código de Pesca – Dispõe sobre a Proteção e Estímulos à Pesca e dá outras providências*), é necessária autorização pelos órgãos competentes para expedição científica cujo programa se estenda à pesca, que depende de prévia anuência. O Instituto Chico Mendes (ICMBio) mantém em sua página na Internet uma seção destinada a serviços on-line, onde é possível o acesso ao SISBIO (Sistema de Autorização e Informação em Biodiversidade), inclusive para obter "Autorizações e Licenças para Fins Científicos e Didáticos". O SISBIO é

um serviço de atendimento à distância que permite aos pesquisadores, por meio do preenchimento e envio de formulários eletrônicos pela Internet, solicitar autorizações, licenças e incluir coleções científicas, didáticas e particulares no Cadastro Nacional de Coleções Científicas.

Diversos Estados possuem legislações específicas de pesca que devem ser consultadas. No caso do Estado de São Paulo, o Código de Pesca Estadual (*Lei Estadual (São Paulo) nº 11.165, de 27 de junho de 2002 – Código de Aquicultura e Pesca do Estado de São Paulo*) estabelece que nas investigações relacionadas à pesca, com coleta de seres vivos, as instituições e pessoas devidamente habilitadas devem ser autorizadas pelo órgão estadual competente, que decide sobre a manutenção da execução dos projetos e avalia os relatórios que lhe são obrigatoriamente encaminhados.

Os tipos de estudo com a comunidade nectônica mais frequentemente realizados são:

- Ensaio da contaminação dos organismos;
- Ensaio de metais em sangue de peixes;
- Ensaio de episódios de mortandades de peixes e/ou outros organismos nectônicos;
- Ensaio da estrutura da comunidade de peixes.

Em 2008, a Lei 11.794 ("Lei Arouca") estabeleceu alguns procedimentos para a utilização humanitária de animais com finalidade de ensino e pesquisa científica e propôs que a morte de um indivíduo ocorra com o mínimo de sofrimento físico ou mental. Desta forma, para que não ocorra sofrimento ou danos aos organismos durante seu o manejo, recomenda-se o uso de anestésicos para a coleta de organismos da ictiofauna. O método mais empregado para o processo de anestesia é a utilização do óleo de cravo, cuja composição contém 80% da substância eugenol (INOUE; MORAES, 2007).

O óleo de cravo é pouco solúvel em água, sendo o preparo da solução de eugenol realizado da seguinte forma: adicionar 5 mL de óleo

de cravo em uma proveta e completar com etanol absoluto (anidro) até o volume de 20 mL, mantendo-se essa solução em frasco escuro bem fechado e protegido da luz. A concentração de eugenol nessa solução alcoólica é de aproximadamente 50 mg/mL (1 mL contêm 50 mg de eugenol). A partir desse ponto é possível calcular a quantidade de eugenol a ser utilizada em um banho anestésico, sabendo-se que a concentração de 30 mg/L de eugenol é satisfatória para anestesiar a maioria dos peixes entre 1-2 minutos (INOUE; MORAES, 2007).

Procedimento para o banho anestésico com eugenol em coleta de peixes

- Encher um balde de aço inox com 10 L de água do local;
- Adicionar 6 mL da solução alcoólica contendo eugenol;
- Imergir os indivíduos no balde para anestesia (1-2 minutos) e realizar as observações necessárias;
- Acondicionar os exemplares destinados aos ensaios laboratoriais em sacos plásticos lacrados, ou tambores, refrigerados com gelo.

NOTA 1: É necessário preparar o banho com a concentração final de 30 mg/L de eugenol (ou 300 mg de eugenol em 10 L de água). Como cada 1 mL da solução alcoólica apresenta 50 mg de eugenol, será necessário adicional 6 mL da solução alcoólica aos 10 L de água.

NOTA 2: Recomenda-se sempre a associação do eugenol ao gelo, para garantia da maior eficácia da anestesia/eutanásia.

a) Contaminação dos Organismos

Os organismos para ensaio de contaminantes podem ser coletados de qualquer uma das formas descritas no item "estrutura da comunidade de peixes", podendo, inclusive, ser adquiridos de pescadores locais, desde que estejam em boas condições (não podem estar em decomposição). Quando o material (peixes, siris, caranguejos, etc.) for adquirido dos pescadores, deve-se ter a certeza do local onde foram coletados.

Devido aos baixos limites de detecção de várias substâncias, os procedimentos laboratoriais e de campo para ensaio de contaminantes em organismos aquáticos são especialmente importantes, pois uma contaminação cruzada das amostras pode ocorrer durante qualquer estágio da coleta, manuseio, armazenamento ou ensaio. Maiores de-

talhes sobre a coleta e análise de contaminantes em peixes podem ser obtidos em publicação específica da *United States Protection Agency* (USEPA, 2000).

Procedimento de coleta para ensaios de contaminação de organismos nectônicos

- Lavar os organismos coletados na água do ambiente logo após a coleta para remover qualquer material estranho da superfície externa;
- Reduzir ao máximo a manipulação das amostras em campo e evitar contato com fontes de contaminação (fumaça do motor do barco, graxas, poeira);
- Evitar a contaminação pelo gelo usado para refrigerar as amostras. Os organismos inteiros devem ser embrulhados individualmente em papel alumínio, ou pelo menos por espécie, e colocados em sacos plásticos limpos que evitem a entrada da água;
- Etiquetar os sacos plásticos com a data, ponto de coleta e espécie;
- Adicionar gelo às amostras o mais rapidamente possível após a coleta. Se o tempo de trânsito das amostras até o laboratório for maior que 24 horas, é preferível o uso de gelo seco (ver Apêndice A);

NOTA: No caso de amostras para ensaios microbiológicos, encaminhar ao laboratório em um prazo máximo de 24 h e **NÃO** congelar, apenas refrigerar.

b) Determinação de Metais

Para complementar os estudos ambientais, o biomonitoramento tem sido amplamente usado para avaliar a exposição de um sistema biológico a substâncias xenobióticas e a determinação de metais em sangue de peixes pode ser utilizada para refletir a exposição recente dos organismos a essas substâncias químicas.

Procedimento de coleta para ensaios de metais em peixes

- Realizar punção caudal, ou outra técnica adequada à espécie em estudo, com seringas previamente heparinizadas ou com EDTA;
- Transferir as amostras de sangue para microtubos contendo aproximadamente 50 µL de heparina ou EDTA, a fim de evitar sua coagulação;
- Homogeneizar os microtubos imediatamente por inversão, de oito a dez vezes;
- Manter os microtubos sob refrigeração e ao abrigo de luz para posterior processamento laboratorial (ver Apêndice A).

c) Mortandades de Peixes e/ou Outros Organismos Nectônicos

Para que se consiga determinar a(s) causa(s) de uma mortandade de peixes, a preocupação principal é que o atendimento seja feito o mais rápido possível.

As coletas das amostras de água (e sedimento, caso seja necessário), devem ser definidas conforme as suspeitas de possíveis causas e preservadas conforme as metodologias descritas neste guia. É essencial que seja coletada uma amostra de água à montante e no próprio local onde está ocorrendo a mortandade e, caso se julgue necessário, uma amostra à jusante (MEYER; BARCLAY, 1990).

A escolha das variáveis físicas e químicas a serem determinadas depende de vários fatores, tais como: características de ocupação do solo na região, presença de despejos de indústrias ou de esgotos domésticos, etc. Recomenda-se que sejam incluídos, minimamente, ensaios de oxigênio dissolvido, temperatura, pH e condutividade.

Os ensaios biológicos incluem fitoplâncton (em casos de florações de algas), coliformes ou *Escherichia coli* (em casos de contaminação pelo lançamento de esgotos) e ensaios de toxicidade.

Procedimento de coleta para atendimentos de mortandades

- Coletar água e/ou sedimento para os ensaios considerados necessários, conforme orientações descritas neste guia;
- Coletar, pelo menos, 5 peixes moribundos ou que acabaram de morrer, de cada espécie;
- Utilizar anestésico, como eugenol, associado a gelo para a eutanásia dos organismos coletados;
- Envolver os peixes em papel alumínio e colocá-los num saco plástico;
- Armazenar em caixa térmica com gelo e encaminhá-los ao laboratório para ensaio.

Atenção!

- Não congelar os exemplares coletados;
- Não coletar peixes mortos há algum tempo ou em decomposição;
- Observar o comportamento dos peixes que estão morrendo (se vêm à superfície abocanhar o ar, se apresentam movimento desordenado, etc.);
- Observar alteração no aspecto externo dos peixes, como presença de fungos, manchas, coloração das brânquias, etc.;
- Todos os dados observados em campo devem ser sistematicamente anotados em ficha específica, pois essas informações determinam, inclusive, a escolha dos ensaios subsequentes a serem realizados;
- Sempre que possível, os peixes e o local de coleta devem ser fotografados.

d) Estrutura da Comunidade de Peixes

Em estudos quantitativos, os equipamentos de captura devem ser utilizados por um tempo padronizado. No caso de redes de espera, o tempo de colocação será o mesmo em todos os pontos e campanhas e tarrafas terão o número de lances fixado, por exemplo. Estudos qualitativos não envolvem coleta padronizada, mas sim a utilização de vários tipos de equipamentos, uma vez que todas são seletivas.

A escolha de aparelhos de coleta (redes de espera de diversas malhagens, cercos, etc.), depende das características físicas do meio aquático, como presença ou não de rochas, pedras, águas paradas, vegetação aquática, entre outras.

Deve-se coletar nos locais mais adequados para obtenção da maior diversidade possível de espécies. Estes locais devem ser escolhidos

levando-se em consideração principalmente as informações de pescadores da região a ser estudada. Deve-se considerar também a época do ano, tendo em vista que algumas espécies são migratórias, o que significa que só é possível capturá-las em períodos muito específicos.

Procedimento de coleta de peixes para determinação da estrutura da comunidade

- Capturar alguns exemplares das espécies presentes no local;
- Utilizar anestésico, como eugenol associado a gelo, para a eutanásia dos organismos coletados e colocar os exemplares em sacos plásticos etiquetados com data e local de amostragem;
- Refrigerar e enviar para o laboratório, onde podem ser congelados;
- Adicionalmente, armazenar alguns exemplares de cada espécie em frascos ou sacos plásticos reforçados, contendo uma solução neutra de formol (10% a 20%) para identificação taxonômica. Esses exemplares devem permanecer nesta solução por, pelo menos, 1 a 2 semanas, pois a fixação pode levar de poucos dias (para espécimes pequenos) a uma semana (para os espécimes maiores). Pode-se inclusive aplicar a solução com auxílio de uma seringa.

NOTA 1: Recomenda-se fotografar em campo um exemplar de cada espécie (principalmente a nadadeira caudal), selecionando-se um exemplar inteiro recém tirado da água, quando ainda apresenta todas as tonalidades das cores.

NOTA 2: É importante a colocação de uma etiqueta numerada no exemplar fotografado, para a confirmação posterior da identificação, e de uma régua, para que se tenha noção do tamanho do exemplar.

6.2 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios de Contaminantes e Nutrientes em Sedimentos

Sedimento é todo material originado da destruição (decomposição) de qualquer tipo de rocha ou material de origem biológica, transportado e depositado (alóctone) ou apenas depositado (autóctone) na superfície terrestre. Os sedimentos compõem-se de partículas de diferentes tamanhos, formas e composição química.

Um diagnóstico ambiental abrangente de um corpo d'água deve integrar informações dos compartimentos água e sedimento. As concentrações de poluentes na água indicam a carga que o ambiente recebe no momento da coleta, enquanto o sedimento reflete a contaminação ocorrida e acumulada no sistema ao longo de um período de tempo.

Contaminantes e nutrientes adsorvidos nos sedimentos podem ser disponibilizados à coluna d'água e à biota por meio de processos físicos, químicos e biológicos, servindo como fonte interna e contínua de poluentes.

Por essas razões, o uso do sedimento como instrumento de avaliação da qualidade dos ecossistemas aquáticos ganhou atenção da comunidade científica mundial a partir da década de 80.

Deve ser salientado que a avaliação da qualidade do sedimento auxilia a tomada de decisões sobre as medidas que devem ser adotadas no estabelecimento de programas de controle, mitigação e recuperação do ambiente como, por exemplo, em processos de dragagem e disposição de sedimentos em canais de navegação. O gerenciamento ambiental deve ser subsidiado por uma classificação da qualidade do sedimento, que preferencialmente integre as características físicas, químicas, biológicas e ecotoxicológicas deste compartimento.

O sedimento pode ser também classificado segundo, por exemplo, sua granulometria, teor de matéria orgânica, teor de água, textura, cor e origem geológica.

Devido à complexidade de ensaios com sedimento, a sua coleta deve ser realizada de acordo com procedimentos específicos, estabelecidos em função do objetivo do estudo.

Como procedimento geral, a água que cobre o sedimento contido no amostrador deve ser retirada por sifonamento ou vertendo o equipamento de coleta. Antes da homogeneização, materiais grosseiros e não representativos podem ser retirados por catação antes da transferência da amostra para os frascos. A necessidade de retirada desse tipo de material depende dos ensaios subsequentes.

Cuidados devem ser tomados para que as condições de oxirredução do sedimento coletado sejam mantidas, já que os sedimentos se oxidam rapidamente quando em contato com o ar, alterando a disponibilidade de contaminantes. Para tanto, deve-se atentar para

a necessidade ou não do preenchimento até a boca do recipiente, dependendo do ensaio de interesse (ver Apêndice A).

Para a obtenção de amostra composta é necessário que o mesmo volume seja tomado de cada réplica e que a homogeneização seja bem executada. Para evitar a oxidação, os volumes das réplicas a serem misturados devem ser mantidos até o momento da homogeneização em recipiente inerte e fechado, de material a ser definido conforme conjunto de ensaios de interesse, para posterior composição da amostra em bandeja de aço inox.

Durante a coleta, devem-se evitar alguns efeitos negativos, tais como: ondas de pressão na descida do equipamento, resistência e inclinação na penetração do sedimento, lavagem durante a retirada e transbordamento. Uma descida muito rápida, por exemplo, pode provocar ondas de choque e mau funcionamento do equipamento.

Todos os procedimentos de coleta acarretam certo grau de distúrbio na integridade da coluna de sedimento. Em estudos geocronológicos, paleolimnológicos, de biorrevolvimento e de trocas químicas na interface sedimento-água, por exemplo, torna-se necessária a obtenção de amostras mais íntegras possíveis. Nestes casos é indicado o uso de amostradores em tubo (*corer* ou testemunhador) que também permitem o fracionamento vertical da amostra, fundamental para estudos do perfil do sedimento. Na amostragem do depósito recente (apenas a camada superficial de sedimento de 2 a 6 cm) devem ser usados pegadores que possibilitam o fracionamento da amostra (*corer* ou Ekman-Birge modificada por Lenz).

Muitas vezes não se consegue volume suficiente em uma só pegada, sendo necessárias várias tomadas de amostra numa mesma réplica.

Seja amostra simples, em replicata ou composta, deve-se procurar retirar subamostras de um mesmo volume para todos os ensaios físicos e químicos que serão realizados e cujos resultados serão correlacionados.

O volume de coleta para ensaios ecotoxicológicos com sedimento depende do tipo e número de testes que serão realizados e da distribuição para os diferentes laboratórios, sendo recomendado coletar recipientes separados para cada tipo de teste.

Amostras efetuadas com *corer* e destinadas a ensaios químicos do perfil vertical do sedimento devem ser manuseadas cuidadosamente, de forma a evitar mistura dos estratos, e podem ser fatiadas no local ou congeladas em campo, com nitrogênio líquido, para posteriores fracionamentos.

Conforme os ensaios a serem realizados no sedimento, deve-se utilizar frascos e equipamentos adequados às atividades de coleta de amostras, bem como materiais de apoio, como por exemplo colheres de aço inox ou polietileno inerte, bandejas de aço inox ou polietileno inerte, caixas térmicas, etc. Podemos citar, como exemplo, alguns compostos orgânicos que podem ser adsorvidos em plásticos (exceto teflon) ou degradados em vidro alcalino.

É importante destacar alguns cuidados gerais que devem ser tomados para coleta de sedimento:

- Em um mesmo ponto a ser amostrado, a coleta de sedimento deve sempre ser realizada após a coleta de água.
- Se locais de amostragem de sedimento estiverem próximos um do outro é recomendado que a amostra mais a jusante seja coletada primeiro para evitar contaminação por perturbação e ressuspensão de sedimento devido às atividades de coleta.
- Áreas com vegetação aquática onde raízes de macrófitas ou outro tipo de material possam ser coletados devem ser evitadas.
- Com exceção de coleta para comunidade bentônica, a maior quantidade possível de água que cobre o sedimento deve ser desprezada do amostrador por sifonamento ou vertendo o equipamento de coleta.

- Em corpos d´água rasos onde é necessário que a coleta seja feita sem embarcação, o técnico de coleta deve estar à jusante do ponto de coleta. Cuidados devem ser tomados para criar o mínimo de perturbação possível no ponto de coleta, especialmente perturbações causadas por caminhar no curso d´água. Nesses casos, colheres podem ser utilizadas como equipamentos de coleta seguindo os cuidados indicados nos próximos itens.

Procedimento de coleta simples para ensaios em sedimento

- Coletar o sedimento com equipamento selecionado e depositar o sedimento coletado dentro de uma bandeja de aço inox;
- Repetir a operação até a obtenção de quantidade suficiente de sedimento para todos os ensaios requeridos;
- Homogeneizar o sedimento;
- Preencher os frascos para cada ensaio ou grupo de ensaios (ver Apêndice A) utilizando uma colher de aço ou outro acessório apropriado;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

NOTA: Deve ser tomado cuidado durante a mistura para evitar derramamento de partículas finas e água intersticial.

Cuidados para coleta de sedimento destinada aos ensaios microbiológicos

- A coleta do material deve ser realizada conforme item anterior e o preenchimento dos frascos destinados aos ensaios microbiológicos deve ter prioridade em relação aos outros ensaios, devido ao risco de contaminação;
- Remover a tampa do frasco, juntamente com o papel alumínio protetor, tomando cuidado para evitar a contaminação da amostra pelos dedos das luvas ou outro material;
- Fechar o frasco e seguir o procedimento de acondicionamento de amostras conforme item anterior.

Cuidados para coleta de sedimento destinada aos ensaios de compostos voláteis

- A amostra destinada ao ensaio de compostos voláteis não deve ser homogeneizada e deve ser coletada com perturbação mínima, evitando a perda de analitos de interesse.
- A amostra deve, então, ser retirada diretamente do equipamento de coleta, quando possível, antes de ser despejada na bandeja.
- Quando não for possível essa prática, a porção de amostra para preenchimento do frasco deve ser coletada imediatamente depois da amostra ter sido depositada na bandeja.
- Fechar o frasco e seguir o procedimento de acondicionamento de amostras conforme item anterior.

Procedimento de coleta composta para ensaios em sedimento

- Coletar réplicas com volumes equivalentes, armazená-las e misturá-las em bandeja de aço inox;
- Homogeneizar cuidadosamente (uma amostra é considerada bem homogeneizada quando se apresenta uniforme em relação à cor, consistência e conteúdo de água);
- Preencher os frascos para cada ensaio ou grupo de ensaios (ver Apêndice A) utilizando uma colher de aço ou outro acessório apropriado;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

NOTA: Deve ser tomado cuidado durante a mistura para evitar derramamento de partículas finas e água intersticial.

Atenção!

Amostras de sedimento para análise de compostos voláteis e ensaios microbiológicos não devem ser compostas.

6.3 Coleta e Preservação de Amostras para Ensaios em Efluentes Líquidos

Após a seleção dos pontos de amostragem, dos ensaios a serem realizados, definição do tipo, frequência e período da coleta (ver Capítulo 2) deve-se organizar os trabalhos de campo com base nas estratégias de coleta a serem utilizadas.

As coletas de efluentes líquidos podem ser realizadas manualmente ou com auxílio de amostradores automáticos (ver Capítulo 5) e, conforme descrito no Capítulo 3, as amostras podem ser simples ou compostas.

A amostra simples é indicada para os casos em que a vazão e a composição do líquido não apresentam variações (qualitativas e quantitativas) significativas e todas as informações que se deseja podem ser obtidas por meio de uma única amostra.

A amostra composta é adotada para possibilitar a minimização do número de amostras a serem analisadas e, principalmente, quando deseja-se obter um valor médio de uma determinada variável.

A composição das amostras pode ser realizada em função do tempo ou da vazão. A estratégia de composição baseada no tempo é recomendada para os casos em que não há uma grande variação na vazão do efluente ao longo do período selecionado. Em casos quando se verifica uma grande variação da vazão, recomenda-se a composição em função da mesma.

Quando o tempo é a base da composição, um volume fixo de amostra é retirado do fluxo de efluentes, em intervalos fixos de tempo. Nestes casos, para cálculo do volume de cada alíquota a ser coletada, utiliza-se a fórmula:

$$V_{al} = \frac{V_{am}}{n}$$

onde:

V_{al} = volume de cada alíquota

V_{am} = volume total da amostra

n = número de alíquotas

Exemplo:

Em uma dada indústria com processo produtivo contínuo, a vazão de lançamento do efluente tratado final é praticamente constante ao longo do tempo. Considerando uma solicitação que envolve coleta para os ensaios DBO, ânions, série de sólidos e sólidos sedimentáveis com tomadas de amostra a cada 1 hora, por um período de 24 horas, os cálculos necessários para determinação dos volumes de coleta são:

Observação: Os volumes necessários para cada um dos ensaios estão baseados no Apêndice A.

Dados:

- Volume total de amostra necessário: 2600 mL
- N° de Alíquotas: 24
- Cálculo do volume mínimo para cada alíquota:

$$V_{al} = 2600/\ 24 = 108{,}33\ mL$$

Então, utilizando-se a estratégia de coleta composta em função do tempo, deve-se coletar 24 porções de amostras de mesmo volume (mínimo de 108,33 mL) que ficarão armazenadas conforme instruções de preservação (ver Apêndice A) até a final do período de coleta. Nesse caso, ao final, as 24 porções devem ser misturadas, homogeneizadas e a amostra composta distribuída nos frascos destinados a cada ensaio ou conjunto de ensaios conforme orientações do laboratório responsável.

Quando a vazão é a base da composição da amostra, os volumes das alíquotas serão proporcionais às variações das vazões instantâneas do efluente. Para o cálculo do volume de cada alíquota, a fórmula utilizada é:

$$V_{al} = \frac{Q_i}{Q_m} \times \frac{V_{am}}{n}$$

onde:

V_{al} = volume da alíquota

Q_i = vazão instantânea

Q_m = vazão média

V_{am} = volume total da amostra

n = número total de alíquotas

Como a vazão instantânea Q_i varia a cada momento, o volume de cada alíquota também irá variar proporcionalmente. O volume da amostra V_{am} é função do volume necessário para a realização dos ensaios a serem analisados no laboratório e a vazão média Q_m corresponde à média obtida durante o período da composição da referida amostra.

Exemplo:

Em uma dada Estação de Tratamento de Esgotos, sabe-se que a vazão do efluente tratado final varia consideravelmente em alguns momentos do dia, de forma que se tem uma solicitação para coleta composta em função da vazão por um período de 24 horas para os ensaios DBO (em duplicata), cor, turbidez, ânions, série de sólidos e sólidos sedimentáveis com tomadas de amostra a cada 1 hora.

Para a execução desse tipo de coleta, como o volume de cada alíquota só é calculado no final do intervalo de coleta, é preciso garantir que o volume tomado em cada horário seja suficiente para atender a esse volume calculado. Isto é, deve-se extrapolar o volume de cada tomada de amostra. No exemplo desse exercício, podemos considerar coletas de 500 mL a cada hora.

Dados:

A tabela 6.5 apresenta os valores de vazão registrados em campo, a cada hora, dentro do intervalo de coleta.

Horário	08h	09h	10h	11h	12h	13h	14h	15h	16h	17h	18h	19h	20h	21h	22h	23h	24h	01h	02h	03h	04h	05h	06h	07h
Vazão (L/s)	910	750	600	550	600	580	610	620	600	590	600	930	990	700	650	500	450	430	450	470	460	460	780	900

Tabela 6.5. Valores de vazão obtidos em campo.

Volume mínimo total da amostra necessário: 3300 mL*

* Como pode haver perdas nos processos de transferência, recomenda-se trabalhar com um volume extra de amostra. Nesse exemplo, iremos considerar um volume de 4000 mL (V_{am}).

N° de Alíquotas: 24

Vazão Média: 632,5 L/s

Cálculo do volume mínimo para cada alíquota:

$$V_{al} = \frac{Q_i}{Q_m} \; x \; \frac{V_{am}}{n}$$

$V_{al\,1}$	$V_{al\,2}$	$V_{al\,3}$	$V_{al\,4}$	$V_{al\,5}$	$V_{al\,6}$	$V_{al\,7}$	$V_{al\,8}$	$V_{al\,9}$	$V_{al\,10}$	$V_{al\,11}$	$V_{al\,12}$	Val 13	$V_{al\,14}$	$V_{al\,15}$	$V_{al\,16}$	$V_{al\,17}$	$V_{al\,18}$	$V_{al\,19}$	$V_{al\,20}$	$V_{al\,21}$	$V_{al\,22}$	$V_{al\,23}$	$V_{al\,24}$
240	198	158	145	158	153	161	163	158	155	158	245	261	184	171	132	119	113	119	124	121	121	206	237

Tabela 6.6. Volumes das alíquotas (Val), obtidos em campo a partir da vazão média em 24 h.

Então, utilizando-se a estratégia de coleta composta em função da vazão, deve-se coletar 24 porções de amostras de 500 mL que ficarão armazenadas conforme instruções de preservação (ver Apêndice A) até o final do período de coleta. Ao final, serão retiradas alíquotas de cada uma dessas porções (tomando-se cuidado em homogeneizar cada frasco antes de retirá-las), conforme volumes obtidos por meio da fórmula e apresentados na Tabela 6.6 (V_{a1}, V_{al2}, ...,V_{al24}), que devem ser misturadas, homogeneizadas e a amostra composta distribuída nos frascos destinados a cada ensaio ou conjunto de ensaios conforme orientações do laboratório responsável.

Sugere-se que, dependendo dos ensaios de interesse e, considerando um processo produtivo contínuo (24 h/dia), o período mínimo de amostragem seja de uma jornada diária de trabalho, de forma a obter uma correlação com as características da produção. Por exemplo, pode-se realizar uma campanha constituída de 4 amostras, cada uma delas coletadas num período de 6 horas, com alíquotas coletadas a cada 30 ou 60 minutos. Alguns detalhes e limitações para a composição de amostras encontram-se descritos no Capítulo 3.

De uma maneira geral, os procedimentos de coleta para efluentes líquidos seguem os mesmos critérios definidos para coletas de amostras de água bruta de superfície conforme apresentado no item 6.1. e podem ser utilizados os equipamentos para coleta de superfície apresentados no Capítulo 5.

Muitas vezes as amostras de efluentes, especialmente as de efluentes brutos, apresentam elevado teor de material em suspensão e/ou sedimentável, de forma que se deve tomar bastante cuidado na distribuição das amostras nos frascos, uma vez que esse tipo de material pode ir se acumulando no fundo do amostrador após a tomada de amostra. Caso se observe esse tipo de ocorrência, sugere-se o emprego de algum tipo de agitação para homogeneizar o material coletado, sempre tomando com cuidado para não contaminar ou degradar a amostra.

Alguns ensaios, como óleos e graxas e sólidos, são frequentemente incluídos nos programas de amostragem de efluentes líquidos (Apêndice 2) e necessitam de cuidados especiais, não descritos no Capítulo 6, para suas coletas.

Procedimento de coleta de efluentes para ensaios de óleos e graxas

- Realizar a coleta com auxílio de balde de aço inox e preencher prioritariamente o frasco destinado a esse ensaio (alternativamente pode-se realizar uma tomada de amostra específica para esse ensaio, inclusive de forma manual com o próprio frasco de coleta quando possível);
- Não encher demais o frasco da amostra e preservar conforme requisito do método (ver Apêndice A);
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

NOTA 1: Para coletar amostras em replicatas, realizar as tomadas de amostra em sequência no menor intervalo de tempo possível, em paralelo ou em um grande recipiente com agitação mecânica (nesse último caso, sifonar as porções individuais para os frascos de amostra);

NOTA 2: Quando forem necessárias informações sobre a concentrações médias de óleos e graxas durante um período prolongado, deve-se coletar amostras simples em intervalos de tempo predeterminados pois procedimentos de amostragem composta levam a perdas do analito.

Procedimento de coleta de efluentes para ensaios de sólidos

- Coletar conforme procedimento geral de coleta para ensaios químicos em água bruta de superfície, porém reforça-se a preocupação em relação à necessidade de manter a homogeneidade da amostra durante a transferência para o frasco de coleta pois trata-se de fonte significativa de erro e variabilidade para esses ensaios, em especial para frações não dissolvidas;
- Acondicionar a amostra em caixa térmica, sob refrigeração, para transporte.

NOTA: Consultar Apêndice A para sugestões de frascos e volumes de amostras. A maior parte das metodologias de ensaio recomenda frascos de vidro borossilicato, plástico ou fluoropolímero [por exemplo, politetrafluoretileno (PTFE)], desde que os sólidos suspensos na amostra não adiram às paredes do recipiente.

6.4 Coleta e Preservação de Amostras em Emergências Químicas

É muito importante que a equipe treinada para atendimento à acidentes químicos esteja preparada para obter amostras contendo produtos ou resíduos inflamáveis, explosivos, reativos, tóxicos, asfixiantes, corrosivos, oxidantes ou com elevada carga orgânica enriquecida de minerais e nutrientes. Diferente das coletas que envolvem amostras contendo poluição ordinária, o atendimento a acidentes químicos é caracterizado como ocorrência de poluição aguda e normalmente com maior número ou concentração de produtos, o que pode ocasionar, direta ou indiretamente, sérios danos ao meio ambiente, aos seres vivos, à saúde e à segurança da população, bem como prejuízos materiais, sociais e econômicos. Recomenda-se também que a equipe possua recursos adequados para averiguar as características do meio em que está sendo realizada a coleta no momento em que esta é feita, por meio de equipamentos portáteis de detecção devidamente calibrados, ajustados e checados. Por exemplo, para acidentes envolvendo líquidos inflamáveis é importante que se tenha à mão um alarme de gás combustível com indicador de oxigênio; acidentes envolvendo produtos ou resíduos que apresentem uma fração não miscível em água poderão ser monitorados com um medidor eletrônico de interface ou, no caso de águas subterrâneas, com um tubo extrator descartável do tipo Bailer; para acidentes envolvendo compostos orgânicos voláteis é pertinente possuir um fotoionizador; produtos corrosivos deverão ser monitorados fazendo uso de um pHmetro ou de papéis indicadores de pH; analisadores de gases podem ser úteis para uma ampla gama de produtos e há detectores portáteis específicos para produtos como cloro, mercúrio, ácido cianídrico, amônia, etc.

Com relação ao material de coleta, é necessário que este seja adequado às atividades a serem potencialmente desenvolvidas (BONN AGREEMENT, 2021), como por exemplo equipamentos específicos para diferentes matrizes e/ou ambientes (ver Capítulo 5). Diferentes equipes podem concluir pela necessidade de possuírem diferentes

recursos, considerando, por exemplo, as características dos produtos e resíduos produzidos, processados, transformados, manipulados, transportados ou armazenados localmente.

No Estado de São Paulo, as estatísticas de acidentes referentes aos atendimentos emergenciais desde 1978, mostram um universo de quase 12.800 emergências atendidas até abril de 2023 (CETESB, 2023), sendo 35,32% por líquidos inflamáveis; 17,06% por produtos não identificados; 16,93% por produtos não classificados como perigosos para efeito de transporte; 10,27% por substâncias corrosivas; 5,95% por gases inflamáveis; 5,24% por substâncias e artigos perigosos diversos; 2,64% por gases tóxicos; 1,77% por substâncias tóxicas; 1,67% por substâncias oxidantes; 1,11% por sólidos inflamáveis; substâncias autorreagentes e explosivos sólidos insensibilizados; 1,09% por gases não inflamáveis e não tóxicos; 0,47% por substâncias sujeitas à combustão espontânea; 0,22% por substâncias que, em contato com a água, emitem gases inflamáveis; 0,14% por peróxidos orgânicos; 0,07% por substâncias e artigos com risco de explosão em massa; 0,03% por substâncias infectantes; 0,01% por substâncias radioativas e 0,01% por substâncias e artigos que não representam risco significativo.

Considerando a diversidade de substâncias potencialmente envolvidas, recomenda-se manter *kits* de coleta nas viaturas de atendimento a emergências, contendo, por exemplo, 3 frascos para coleta de óleos e graxas, 3 frascos para coleta de agrotóxicos, 6 frascos para determinação de compostos orgânicos voláteis, 3 frascos para coleta de sedimentos, 3 frascos para coleta de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos e 3 frascos para ensaio de ecotoxicidade (Figura 6.32).

Além da frascaria, é importante ter disponível no *kit* outros acessórios como, por exemplo: 1 pá de inox (para coleta de sedimentos), 1 bécker de 100 mL, 1 bastão de vidro (para homogeneização ou diluição de amostras), preservantes químicos para amostras (ver Apêndice A), papel alumínio (para utilização nos frascos de coleta destinados a alguns ensaios orgânicos), sacos plásticos diversos (para acondicionamento de algumas das amostras) e papel indicador de pH.



Figura 6.32. *Kit* para coleta de amostras em situações de emergências químicas.
Fonte: Setor de Emergências/Banco de imagens CETESB.

É necessário ter um local para refrigeração das amostras, como caixas térmicas com gelo ou frigobar, e manter junto ao material de coleta instruções operacionais de trabalho referentes a estratégias para preservação de amostras, aos tipos de teste de toxicidade e ao recebimento de amostras, para eventuais consultas.

A determinação de certas variáveis físico-químicas é de grande importância durante a resposta às emergências químicas, tendo em vista que as mesmas podem se alterar em função do cenário acidental e do tipo e características do produto envolvido na emergência. Recomenda-se dispor de equipamentos portáteis para realização de ensaios de campo (pH, oxigênio dissolvido, condutividade, turbidez, temperatura da água, etc.), como sondas multiparamétricas.



CAPÍTULO 7

AMOSTRAGEM DE ÁGUAS PARA CONSUMO HUMANO E ÁGUAS SUBTERRÂNEAS

7. AMOSTRAGEM DE ÁGUAS PARA CONSUMO HUMANO E ÁGUAS SUBTERRÂNEAS

O monitoramento da qualidade da água para abastecimento público pode ser entendido como uma atividade de vigilância ou de investigação e consiste em avaliar continuamente a qualidade da água consumida pela população, permitindo a identificação de fatores de risco e a definição de estratégias de melhoria da situação existente, além do acompanhamento dos impactos resultantes das medidas implementadas. As fontes de água para abastecimento público são representadas pelos mananciais de água superficial e subterrânea.

As águas subterrâneas representam cerca de 98% das águas doces do planeta e estão armazenadas nos poros e fraturas das rochas, dando origem aos aquíferos, em geral com boa qualidade de água, que se configuram em reservas estratégicas de água potável. Dessa forma, as águas subterrâneas são geralmente amostradas para a determinação de suas características químicas para consumo humano (CETESB, 2019).

O monitoramento das águas subterrâneas contribui para a identificação de contaminações causadas por atividades industriais e, além disso, para o estabelecimento de valores de referência, verificar tendências das concentrações dos analitos ao longo do tempo, identificar áreas com alterações de qualidade e auxiliar as ações de prevenção e controle da poluição do solo e das águas subterrâneas (CETESB, 2021).

Neste capítulo serão abordadas estratégias de amostragem e coleta de águas para consumo humano e de águas subterrâneas.

7.1 Amostragem de Águas para Consumo Humano

A água tratada deve ser coletada em locais em que as águas foram submetidas a algum tipo de tratamento (convencional ou simplificado), como sistemas de produção (Estação de Tratamento de Água – ETA), de reservação, rede de distribuição e soluções alternativas coletivas de abastecimento de água.

No estabelecimento da frequência de amostragem para um monitoramento mais global da água para consumo humano existe a necessidade de se realizar um balanço dos benefícios e custos de se obter um número maior de informações. O número de amostras e a frequência de coleta são geralmente baseados na população abastecida ou no volume de água distribuído, de forma a refletir o risco à população e também são definidos de acordo com a legislação vigente, assim como os locais, os ensaios e os valores máximos permitidos. A frequência de análises para cada ensaio irá também depender da variabilidade da qualidade da água. Requer-se uma maior frequência de análise de ensaios microbiológicos e cloro residual livre que de físico-químicos no geral, isso porque episódios curtos de contaminação microbiológica podem levar facilmente a surtos de doenças gastrointestinais nos consumidores, enquanto episódios de contaminação química, que poderiam constituir um risco agudo à saúde, são raros (WHO, 2006).

Para definição dos locais de coleta e dos ensaios a serem realizados em um sistema de tratamento de água para consumo humano é necessário o conhecimento de todas as etapas do processo, desde a qualidade da água do manancial, sistema de adução, etapas do tratamento na ETA, reservação e pontos de distribuição até a entrega ao consumidor final. Deve-se levar em conta as características específicas de cada unidade de produção (Fig. 7.1), trabalhando em consonância com o Plano de Segurança da Água (PSA), conforme orientação da Organização Mundial da Saúde (WHO, 2022) e com as legislações de água de consumo humano vigentes.



Figura 7.1. Esquema com exemplo de sistemas de captação e distribuição de água.
Fonte: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

Os procedimentos operacionais que devem ser adotados nesse contexto dependem de fatores como: tipo de manancial de abastecimento (rio, lago, represa, subterrâneo, chuva, etc.); qualidade inicial da água (composição química e biológica); distâncias percorridas; fatores climáticos, topográficos e ambientais; aplicação de produtos químicos durante o processo e tempo de contato necessário para as respectivas reações químicas e biológicas; tipo de tratamento requerido, etc.

Os responsáveis pelo abastecimento de água devem manter uma avaliação do sistema ou solução alternativa coletiva de abastecimento de água sob a perspectiva dos riscos à saúde, com base na ocupação da bacia contribuinte ao manancial, no histórico das características de suas águas, nas características físicas do sistema, nas práticas operacionais e na quantidade da água distribuída, conforme os princípios dos Planos de Segurança da Água (PSA) recomendados pela Organização Mundial de Saúde ou definidos em diretrizes vigentes.

Considerando que o objetivo do controle da qualidade é comprovar a potabilidade da água, verificar pontos críticos do sistema e fornecer subsídios para a área operacional, corrigindo de imediato as

possíveis anomalias detectadas, é natural que seu plano de amostragem seja o mais abrangente possível.

Os pontos de coleta de amostras podem ser selecionados com base em pontos críticos e não críticos, endereços fixos e variáveis. A escolha deve objetivar a obtenção de informações do abastecimento e consumo de água na área de avaliação. A representatividade desejada pode ser composta pelos seguintes critérios:

- **Distribuição geográfica**: saída do tratamento ou entrada no sistema de distribuição; saída de reservatórios de distribuição; pontos na rede de distribuição; áreas mais densamente povoadas; pontos não monitorados pelo controle (soluções alternativas, fontes individuais no meio urbano, escolas na zona rural, etc.);
- **Situações de risco:** áreas com populações em situação sanitária precária; consumidores mais vulneráveis (hospitais, escolas, creches, etc.); áreas próximas a fontes de poluição (indústrias, lixões, pontos de lançamento de esgoto, cemitérios, etc.); áreas sujeitas à pressão negativa na rede de distribuição; pontos em que os resultados do controle indiquem problemas recorrentes; soluções alternativas desprovidas de tratamento ou de rede de distribuição; veículos transportadores e áreas que, do ponto de vista epidemiológico, justifiquem atenção.

7.1.1 Coleta em Estação de Tratamento de Água (ETA)

Os locais de coleta para o controle das condições de operacionalidade da estação e consequente caracterização da qualidade da água produzida devem ser escolhidos no decorrer do processo (entrada da ETA, floculação, decantação, filtração, desinfecção/fluoretação/saída da ETA), cujos pontos de tomada de amostras geralmente estão disponíveis no laboratório da estação (Fig. 7.2). Quando as coletas forem realizadas nas torneiras de controle de qualidade de operação da estação, recomenda-se não alterar a vazão das mesmas, pois haverá alteração significativa nas características da água.

Os detalhes de coleta constam no procedimento em destaque ao final do subitem 7.1.



Figura 7.2. Torneiras localizadas no laboratório de uma ETA para controle das etapas do processo de tratamento.

Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

7.1.2 Coleta em Sistemas de Distribuição

A proteção do sistema de distribuição é essencial para assegurar a qualidade da água de consumo humano. Os sistemas de distribuição, por incluírem longas extensões de tubulações, reservatórios de estocagem, interconexões e por estarem sujeitos a adulteração e vandalismo, são vulneráveis à contaminação química e microbiológica.

Quando o suprimento de água é intermitente, a baixa pressão de água resultante possibilita o ingresso de contaminantes no sistema através de fraturas, fendas, juntas e furos presentes na tubulação. Apesar de não desejável, a intermitência no suprimento de água é muito comum e o controle de água nessa situação é um desafio, uma vez que os riscos de infiltração e refluxo aumentam significativamente.

Os microrganismos naturalmente presentes na água (amebas de vida livre, bactérias heterotróficas, fungos), sob condições favoráveis, podem colonizar o sistema de distribuição formando biofilmes. Normalmente, os microrganismos presentes nos biofilmes não constituem risco para a saúde da população em geral, com algumas exceções, como é o caso da *Legionella e Klebsiella,* que podem colonizar o sistema de distribuição de água (WHO, 2022).

A água que entra no sistema de distribuição deve ser microbiologicamente segura e biologicamente estável. O sistema de distribuição, por si só, deve fornecer uma barreira segura para evitar a contaminação da água durante o transporte até o consumidor. É importante manter um residual de agente desinfetante no sistema de distribuição para proteger contra a contaminação microbiológica e limitar problemas de crescimento bacteriano (WHO, 2022).

Fenômenos naturais, como enchentes, secas e movimentos sismológicos, e atividades antrópicas, como tráfego pesado e obras civis, podem afetar significativamente as tubulações de água dos sistemas de distribuição e levar ao aparecimento de epidemias. Medidas específicas e imediatas devem ser tomadas para garantir a saúde da população, incluindo o aumento da frequência de amostragem.

O monitoramento operacional de sistemas de distribuição canalizados frequentemente inclui ensaios como: cloro residual, indicadores bacterianos de contaminação fecal (*E. coli*, coliformes termotolerantes), coliformes totais, bactérias heterotróficas, pH, fluoreto, cor e turbidez. A escolha dos pontos de coleta depende de cada sistema de abastecimento. As coletas para análises microbiológicas e ensaios associados, como cloro residual, são realizadas em maiores frequências e em pontos de coleta dispersos. Atenção especial deve ser dada também aos pontos de coleta e frequência de amostragem para constituintes químicos, provenientes de tubulações e soldas, que não são controlados diretamente pela legislação e para constituintes que podem ser formados no sistema de distribuição, como trihalometanos (THMs).

Procedimentos de coleta na rede de distribuição

A retirada de amostra para ensaio da água contida na rede de distribuição geralmente é feita em uma torneira específica para esse fim ou outra torneira que receba água diretamente da rede de abastecimento público. (Figs. 7.3 e 7.4).

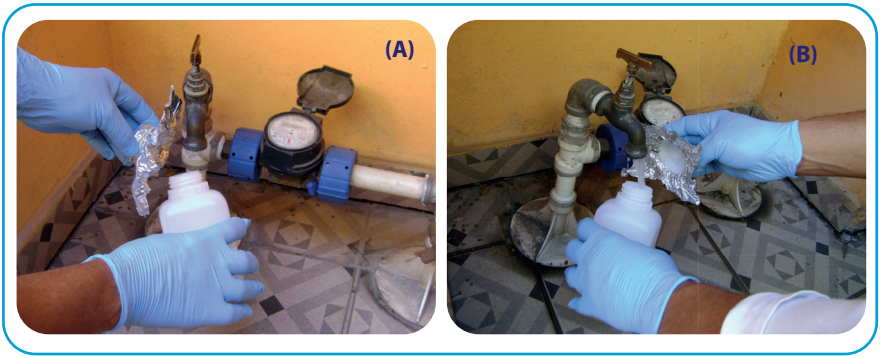


Figura 7.3. Coleta de amostra na torneira, após o hidrômetro.
Foto: Venício Pedro Ribeiro/Banco de imagens CETESB.



Figura 7.4. Coleta de amostra na torneira do jardim, após hidrômetro.
Foto: Venício Pedro Ribeiro/Banco de imagens CETESB.

É necessário ter certeza que a água seja proveniente da rede de distribuição e não de caixas ou reservatórios internos, por meio do **teste de cavalete.** Esse teste consiste em fechar o registro de entrada de água da rede de distribuição e abrir a torneira indicada para a coleta; se não houver escoamento de água pela torneira, conclui-se que realmente a água é proveniente da rede de distribuição.

Não coletar amostras de torneiras com vazamentos e evitar, sempre que possível, coletar em torneiras sujeitas a contaminação externa por estarem muito próximas do chão, por exemplo, e em torneiras com acessórios como filtros, aeradores, direcionadores de fluxo ou telas, pois podem ser fonte de contaminação, especialmente microbiológica, que não reflete a qualidade da água de distribuição. Se a limpeza da torneira for questionável, escolher outra torneira sempre que possível, mas se uma torneira questionável for necessária para fins especiais de amostragem, deve-se desinfetá-la (interna e externamente), aplicando uma solução de hipoclorito de sódio (100 mg/L), e deixar a água correr em um fluxo consistente por mais 2 a 3 minutos após esse procedimento (APHA; AWWA; WEF, 2023).

Abrir a torneira e deixar escoar por dois a três minutos ou o tempo suficiente para eliminar a água estagnada na tubulação e depois ajustar a abertura da torneira para meia secção, para que o fluxo de água seja pequeno e não haja respingos. Coletar as amostras para os ensaios requeridos, preenchendo sequencialmente cada frasco de coleta necessário e tomando cuidado para que não haja contato com a torneira, evitando possíveis contaminações.

No final do subitem 7.1 consta destaque com procedimento passo-a-passo para a coleta.

Procedimentos de coleta em reservatório

A coleta de amostra pode ser realizada na torneira de saída de água do reservatório, na saída do registro de controle ou diretamente do reservatório com auxílio de balde de aço inox e cordas, que só devem ser desembalados no momento da coleta. Para coleta

destinada a ensaios microbiológicos, os equipamentos devem ser esterilizados (Fig. 7.5).



Figura 7.5. Coleta de amostras em reservatório com balde e corda estéreis: (A) Balde estéril, (B) Balde e corda estéril em procedimento de coleta.
Foto: Venício Pedro Ribeiro/Banco de imagens CETESB.

Os detalhes de coleta constam no procedimento em destaque ao final do subitem 7.1.

7.1.3 Coleta em Soluções Alternativas de Abastecimento de Água

Solução alternativa de abastecimento de água para consumo humano é toda modalidade de abastecimento destinada a fornecer água potável, com captação subterrânea ou superficial, com ou sem canalização, e sem rede de distribuição, incluindo as indústrias, fontes, poço comunitário, distribuição por veículo transportador, entre outras.

Os procedimentos para coleta de amostra devem levar em consideração as características individuais de cada unidade e, nesse capítulo, estão descritos alguns detalhes para coletas em poços freáticos e profundos.

Poços Freáticos e Profundos Equipados com Bomba

A água do poço deve ser bombeada por tempo suficiente para eliminar a água estagnada na tubulação. A coleta deve ser realizada em uma torneira próxima da saída do poço ou na entrada do reservatório. Se necessário, a torneira pode ser desinfetada com aplicação de uma solução de hipoclorito de sódio 100 mg/L. Neste caso, o excesso de hipoclorito de sódio deve ser removido antes da coleta.

Os detalhes de coleta constam no procedimento em destaque ao final do subitem 7.1.

Poços Freáticos Sem Bomba

A coleta de amostra pode ser realizada com auxílio de balde de aço inox e corda que só devem ser desembalados no momento da coleta. Para coleta destinada a ensaios microbiológicos, os equipamentos devem ser esterilizados.

Submergir o balde e nesse processo deve-se tomar cuidado para evitar o contato dos equipamentos (balde e corda) com as paredes do poço e da corda com a água. Após enchimento, retirá-lo com os mesmos cuidados.

Para coleta de amostras em veículo transportador de água, pode ser adotado esse mesmo procedimento.

Procedimento de coleta em ETA, rede de distribuição, reservatórios ou soluções alternativas de abastecimento público

- Encher o frasco destinado aos ensaios microbiológicos diretamente da torneira ou com auxílio de equipamentos;
- Remover a tampa do frasco juntamente com o papel alumínio protetor, mantendo-a a uma distância de aproximadamente 10 cm, para evitar contaminação;
- Encher o frasco com a amostra até aproximadamente ¾ (três quartos) do seu volume, para possibilitar sua homogeneização;
- Fechar imediatamente o frasco, fixando o papel alumínio protetor em volta da tampa;
- Preencher os frascos destinados aos demais ensaios;
- Preservar e acondicionar as amostras conforme Apêndice A.

NOTA: Para cuidados específicos referentes aos demais ensaios, consultar Capítulo 6.

7.2 Amostragem de Águas Subterrâneas

Assim como as águas superficiais, as águas subterrâneas também devem ser protegidas, uma vez que podem ser atingidas por contaminantes provenientes de disposição inadequada de resíduos sólidos e efluentes líquidos, domiciliares e urbanos, impactando nas reservas de água doce disponíveis.

Nas áreas rurais e periurbanas as águas subterrâneas são bastante utilizadas para uso doméstico, na irrigação e na agroindústria. Também são importantes para a manutenção dos sistemas aquáticos superficiais e, portanto, dos ecossistemas terrestres. Alguns aquíferos são mais vulneráveis, mas todos necessitam de vigilância da qualidade da água e medidas preventivas e de controle aplicadas às fontes potencialmente poluidoras (CETESB, 2019).

Os dados fornecidos pelos programas de monitoramento das águas subterrâneas são necessários para a condução de ações de remediação ambiental, de maneira que os procedimentos e métodos para obtenção dessas amostras devem ser tratados com máxima atenção, a fim de que as amostras coletadas reflitam a qualidade da água em uma área de interesse (NEGRÃO, 1997).

7.2.1 Poços Freáticos e Profundos

Muitas vezes o monitoramento da qualidade das águas subterrâneas é realizado por meio de coletas em poços freáticos, com e sem bomba, e também em poços profundos.

Os procedimentos de coleta para esses casos são os mesmos descritos no item 7.1.3. No entanto, para a avaliação da água subterrânea bruta deve-se coletar em poços sem a interferência de processos de tratamento, como desinfecção (cloração, por exemplo).

7.2.2 Poços de Monitoramento

Poços de monitoramento são instrumentos de construção durável que permitem o acesso direto à água subterrânea visando à obtenção de amostras representativas para ensaios laboratoriais diversos e monitoramento das condicionantes hidrogeológicas e hidrogeoquímicas locais (Fig.7.6).



Figura 7.6. Poço de monitoramento de água subterrânea.
Foto: Paulo Sérgio G. Rocha/Banco de imagens CETESB.

A qualidade das amostras coletadas depende da construção e manutenção adequada dos poços, das diferentes estratégias de purga utilizadas na amostragem, dos equipamentos utilizados na coleta e dos diversos procedimentos de manuseio, preparo e análise.

Devido a uma preocupação em se obter uma amostra que represente a qualidade da água subterrânea de formação, métodos de purga foram historicamente empregados com o objetivo de remover porções de água estagnada nos poços de monitoramento e a seleção desses métodos deve considerar, principalmente, as características hidráulicas do poço.

Independentemente do método utilizado, é importante atentar-se para cuidados na execução dos procedimentos, pois erros podem levar a possíveis efeitos negativos decorrentes dos processos de purga, e consequente obtenção de amostras não representativas, como o aumento da turbidez causado por um possível aumento na velocidade de fluxo da água subterrânea.

Entre os métodos de purga, podemos citar os métodos por volume determinado, purga mínima e purga de baixa vazão.

A **purga de volume determinado**, conhecida também como método convencional, consiste em purgar um volume conhecido de água, normalmente de 3 a 5 vezes o volume de água do poço, com a finalidade de assegurar que toda a água que possa estar estagnada no poço seja removida. Para a execução desse método, a purga deve ser realizada de forma uniforme, não turbulenta e em vazões compatíveis com a capacidade hidráulica do poço, com rebaixamento mínimo do nível de água para que não ocorra efeito cascata na seção filtrante e arraste de sedimento para o interior do poço.

A **purga mínima** é um método empregado para coleta de amostras em poços de monitoramento com baixa capacidade hidráulica, normalmente instalados em formações com condutividade hidráulica muito baixa, nos quais o uso de outros procedimentos de purga leva ao esgotamento dos poços. Trata-se do método de amostragem que permite coletas sem distúrbios significativos na coluna d´água e sem rebaixamento que possa alterar as características das amostras coletadas. Assume-se, então, que a água já existente na região da **seção filtrante do poço** é representativa da água de formação.

Em resumo, a amostragem de purga mínima requer a remoção do menor volume possível de água, previamente ao início da coleta, com vazões de bombeamento que não devem ultrapassar 100 mL/minuto. O volume a ser coletado geralmente é limitado ao volume do sistema de amostragem (câmara da bomba e tubo de descarga, por exemplo) e após a eliminação deste volume de água, a coleta é realizada.

O **método de baixa vazão**, atualmente um dos mais empregados, leva em consideração as características geoquímicas da água de formação para definir a finalização da purga, que é realizada com vazões entre 50 mL/minuto e 1000 mL/minuto, de acordo com a capacidade hidráulica de cada poço que é acompanhada por meio de medições do nível da água durante todo o procedimento. Os parâmetros físico-químicos indicadores (pH, condutividade, oxigênio dissolvido, temperatura e potencial redox) são monitorados até que estejam estáveis, momento em que a purga é concluída e a coleta das amostras pode ser iniciada (Fig.7.7).

Consulte!

Os requisitos e detalhes para a execução dos diferentes métodos de purga estão estabelecidos na ABNT NBR 15847:2010 – Amostragem de água subterrânea em poços de monitoramento – Método de Purga.

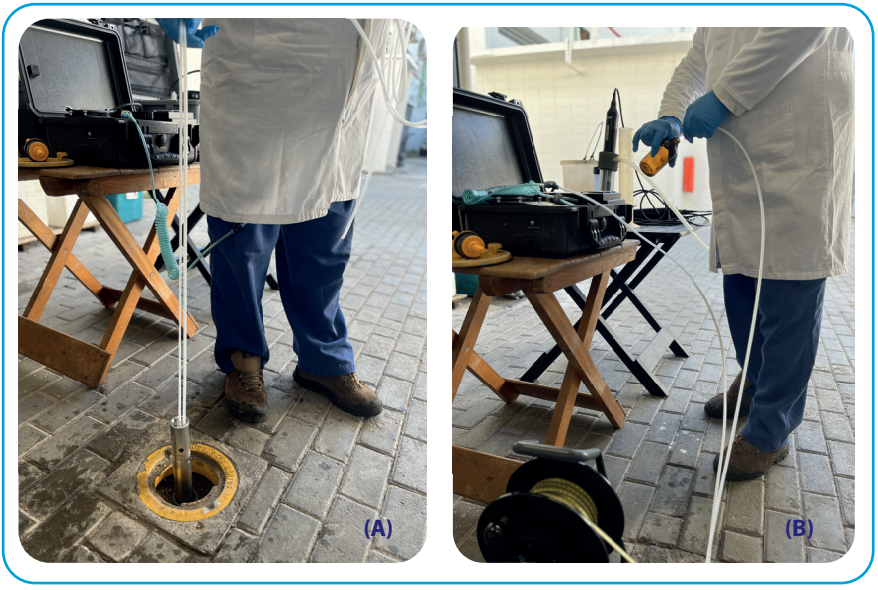


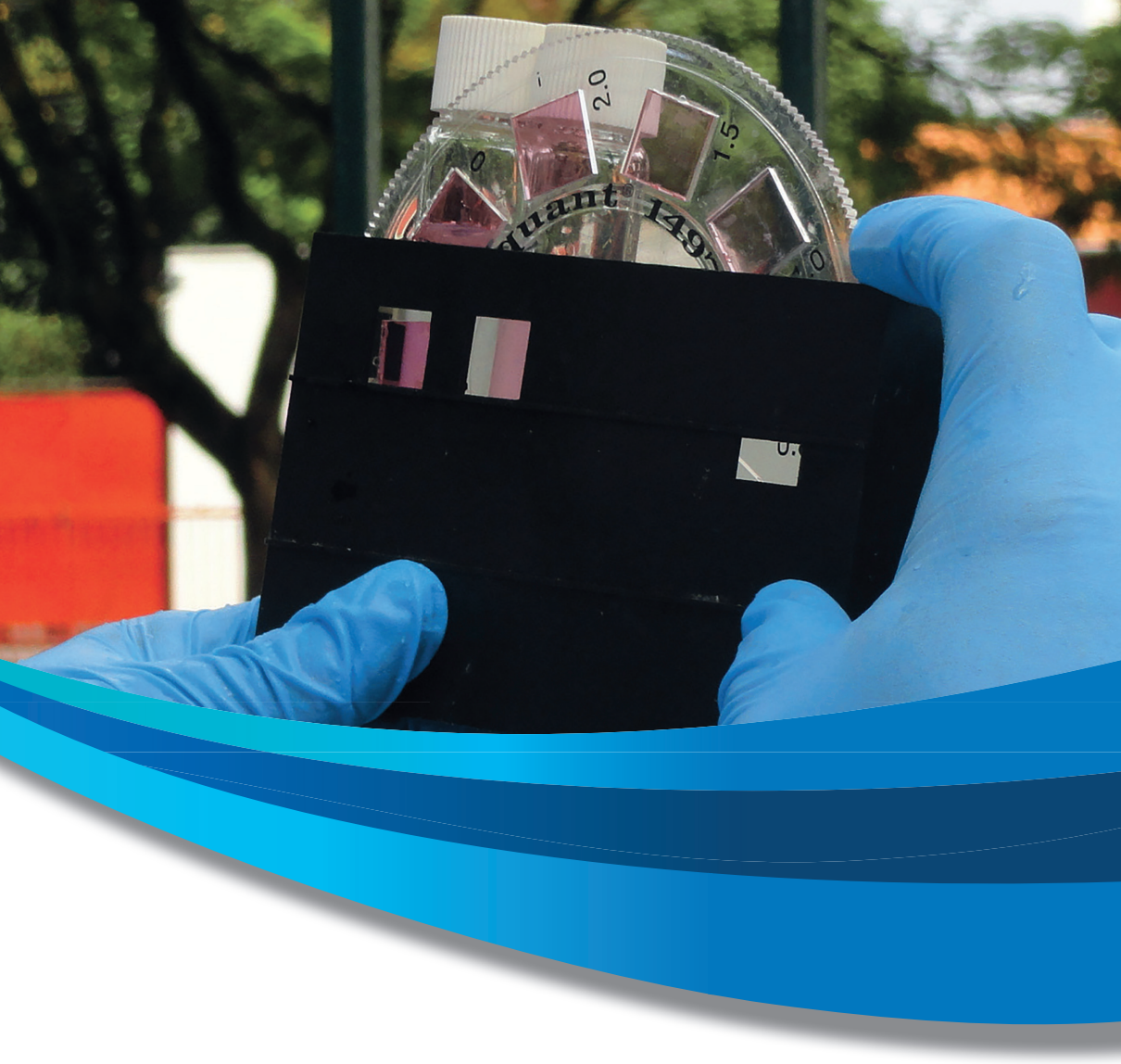
Figura 7.7. Amostragem de água subterrânea em poço de monitoramento pelo método de baixa vazão: (A) Introdução da bomba no poço; (B) Coleta de Amostra.

Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

Embora o ensaio de turbidez não esteja previsto como parâmetro indicador na atual edição da norma "Amostragem de água subterrânea em poços de monitoramento – Métodos de purga" (ABNT, 2010), trata-se de um excelente indicador da qualidade do processo de purga, pois, normalmente, o aumento dos valores de turbidez está relacionado com vazões de purga inadequadas. Recomenda-se, então, a realização desse ensaio, pelo menos no início e no final da purga (NEGRÃO; KAMINSKI, 2007).

Apesar da norma descrever detalhes dos procedimentos de purga, não apresenta informações específicas da etapa de coleta. Dessa forma, os cuidados e requisitos relacionados a cada tipo de ensaio de interesse devem ser consultados no Capítulo 6 e no Apêndice A.

A escolha do equipamento de coleta, como por exemplo o tipo de bomba a ser utilizada, depende do método de amostragem, do tipo e localização do poço, do nível de água, das características físicas do poço, da química da água subterrânea e dos analitos de interesse. Sempre que possível, deve-se evitar o emprego de métodos e equipamentos que causem agitação ou perturbação da água contida no poço.



CAPÍTULO 8

ENSAIOS DE CAMPO

8. ENSAIOS DE CAMPO

Devido à preocupação com a representatividade dos resultados obtidos, à instabilidade de alguns analitos e também às novas tecnologias disponíveis, alguns ensaios são frequentemente realizados no local de coleta e, por isso, denominados **ensaios de campo**. As medições devem ser realizadas em porções de amostras coletadas especificamente para essa finalidade e, quando aplicável, os ensaios podem ser realizados diretamente no corpo d'água por meio do uso de equipamentos específicos (como sondas multiparâmetro), inclusive com cabos em comprimentos que alcancem qualquer ponto da coluna d´água que se deseja analisar.

Este capítulo aborda aspectos práticos gerais para a execução dos principais ensaios realizados em campo, porém é necessário que os mesmos sejam efetivamente implementados e tenham seu desempenho avaliado com base em métodos nacional ou internacionalmente validados e que os técnicos sejam devidamente capacitados para que conheçam as limitações, possíveis interferentes e outras informações para a garantia da confiabilidade dos resultados obtidos.

É fundamental que as equipes estejam atualizadas quanto às principais políticas e recomendações relacionadas à qualidade laboratorial, pois estas estabelecem orientações e requisitos para a calibração e ajustes dos equipamentos, utilização de materiais de referência certificados (MRCs), checagens, ensaios em replicatas, participação em atividades de ensaios de proficiência e outros controles, quando aplicáveis.

Atenção!

Na utilização de equipamentos de ensaios de campo, deve-se atentar para a necessidade de limpeza durante os procedimentos de ajuste e medição. Na prática, as partes que entram em contato com as amostras (como cubetas, sensores e eletrodos) devem ser lavadas com água reagente e secas com papel macio sempre que entrarem em contato com amostras, padrões ou reagentes.

8.1 Cloro Residual – Método DPD

O cloro é um reagente altamente oxidante e é utilizado nos sistemas de tratamento e distribuição de água para abastecimento público, principalmente, para eliminar ou inibir a ação dos microrganismos patogênicos e garantir a sua qualidade em termos microbiológicos, sendo sua concentração um padrão em legislação para fins de potabilidade. Para estender a eficiência da desinfecção e assegurar a potabilidade, é desejável manter teores mínimos de cloro residual na rede de distribuição, cujas concentrações encontram-se estabelecidas em diretrizes regulamentadas pelas Portarias do Ministério da Saúde.

O cloro, em sua forma gasosa, pode provocar irritação ao trato respiratório e aos tecidos oculares. Sua forma elementar, contudo, não ocorre na natureza, estando associada a outros elementos químicos, principalmente como cloreto de sódio. A adição de cloro (cloração) promove uma melhoria da qualidade da água para abastecimento em termos químicos, pois promove a reação do cloro com amônia, ferro, manganês, sulfeto, além de substâncias orgânicas presentes na água. Contudo, alguns efeitos adversos podem ocorrer, como a formação de compostos organoclorados, conhecidos como trihalometanos (THMs), que são potencialmente carcinogênicos.

O cloro é comumente aplicado à água, tanto em sua forma molecular como na forma de íon hipoclorito, e pode sofrer hidrólise formando cloro residual (livre ou combinado). O cloro residual livre pode se apresentar na forma de cloro molecular dissolvido (Cl_2), ácido hipocloroso (HClO) ou íon hipoclorito (ClO^-) e também reagir com outras substâncias presentes na água, como amônia (NH_3) e certos compostos orgânicos nitrogenados, dando origem ao cloro residual combinado (APHA; AWWA; WEF, 2023). O ácido hipocloroso, por ser uma molécula pequena, atravessa a membrana celular e, por suas propriedades oxidativas, altera a estrutura de proteínas (enzimas) essenciais ao metabolismo celular, levando à morte dos microrganismos (BRANCO, 1978).

Fique atento!

Devido à instabilidade e degradação rápida do cloro residual, não se recomenda o armazenamento de amostra em frascaria e a sua determinação deve ser realizada imediatamente após a coleta.

O cloro residual total é a soma do cloro residual livre com o cloro residual combinado. O cloro residual combinado pode ser calculado, portanto, pela subtração da concentração do cloro residual total pela do cloro residual livre.

O ensaio em campo pode ser realizado por meio do método DPD (N, N-dietil-p-fenilenediamina) com o uso de um comparador colorimétrico (método semiquantitativo) (Fig. 8.1) ou utilizando-se um equipamento digital específico para esse fim (clorímetros ou fotômetros portáteis, que podem ser de medição contínua). Nesse método, o DPD é oxidado pelo cloro residual presente na amostra, resultando em uma solução de coloração rosa que tem a intensidade diretamente proporcional à concentração, em mg/L, de cloro residual. A escolha do reagente apropriado permite a obtenção de resultados para cloro residual livre ou cloro residual total.



Figura 8.1. Determinação de cloro residual: (A) Método semiquantitativo (comparador visual); (B) Método quantitativo utilizando clorímetro digital.

Foto: José Jorge Neto/Banco de imagens CETESB.

Altas concentrações de cloro combinado podem levar a interferências nas determinações de cloro residual livre de forma que, para esse último, deve-se realizar a leitura colorimétrica dentro do intervalo de 1 minuto após a adição do reagente. Características de cor e turbidez da amostra também podem representar interferências em ensaios colorimétricos, portanto é necessária a compensação por meio de brancos.

Procedimento para ensaio de cloro residual

- Lavar a cubeta com água reagente e secá-la;
- Coletar a amostra conforme recomendações para cada matriz de interesse e transferir, imediatamente, uma alíquota da amostra para a cubeta até a marcação indicada pelo fabricante do equipamento;
- Utilizar essa primeira alíquota como referência (branco) para o equipamento;
- Descartar adequadamente a amostra, lavar e secar a cubeta;
- Transferir uma nova porção de amostra para a cubeta;
- Adicionar os reagentes, homogeneizar e realizar a leitura em até 1 minuto, no caso de cloro residual livre, ou aguardar cerca de 2 minutos no caso de cloro residual total.

> ***Atenção!***
>
> Deve-se utilizar cubetas separadas para ensaios de cloro residual livre e cloro residual total para evitar possíveis interferências por resíduos de reagentes.

8.2 Oxigênio Dissolvido

A concentração de oxigênio dissolvido (OD) tem importância fundamental para a manutenção da vida e dos processos de autodepuração no ambiente aquático e está relacionada com as características físicas, químicas e biológicas do corpo d´água. O oxigênio dissolvido nos corpos d´água pode ter origem na fotossíntese (cianobactérias, algas e plantas) e/ou no processo de difusão na interface ar-água. Sua concentração varia com a pressão, salinidade/condutividade e temperatura, além da turbulência (velocidade e ventos). De uma forma geral, aumenta com a diminuição da temperatura e salinidade/condutividade, e aumenta com o aumento da pressão e turbulência. Pode ser expresso em mg/L ou como porcentagem da quantidade máxima em relação a uma dada temperatura, pressão e salinidade/condutividade (% de saturação). Em geral, valores superiores a 5 mg/L são encontrados em ambientes limpos.

Ao longo da coluna d´água ocorrem variações do oxigênio dissolvido (assim como da temperatura e salinidade/condutividade) que podem resultar em estratificação, especialmente no verão (ou dias muito quentes), quando a superfície da água é mais aquecida que a água próxima ao fundo. Isso é especialmente importante para os processos biológicos e químicos que ocorrem no fundo dos ambientes, pois concentrações baixas de oxigênio dissolvido (ou mesmo a sua ausência) podem interferir na produtividade biológica e nos processos bioquímicos. Outro aspecto importante é a diminuição da solubilidade do oxigênio (O_2) na água decorrente de poluição térmica, quando o

aumento da temperatura permite que o gás se difunda mais facilmente para a atmosfera, diminuindo sua disponibilidade.

A interferência de um curso de água natural, a entrada de excesso de nutrientes (eutrofização) e condições de estagnação podem desencadear grande crescimento de plantas aquáticas e/ou do fitoplâncton. Altas densidades desses organismos podem levar a supersaturação (mais de 100%) de OD durante o dia, podendo ser detectados valores superiores a 10 mg/L. Por outro lado, durante a noite não ocorre produção de O_2 e a respiração dos organismos (que consome oxigênio) pode levar até à depleção de OD e causar a morte de alguns animais, como peixes. Por isso, é preferível medir o oxigênio dissolvido nos primeiros horários do dia, quando os níveis mais baixos podem estar presentes.

A decomposição da matéria orgânica por bactérias e outros organismos também consome oxigênio, que pode ser reposto pela interface ar-água em condições naturais. Quando há excesso de matéria orgânica, como em locais poluídos por esgoto doméstico e/ou industrial, o processo de oxidação da matéria orgânica pode levar a uma grande diminuição na concentração de OD, podendo chegar a condições de hipoxia que pode, também, levar à morte dos organismos presentes no ambiente.

Nesse Guia serão abordados os ensaios para determinação do oxigênio dissolvido em campo pelos métodos eletrométricos, óptico e de Winkler modificado pela azida sódica.

8.2.1 Oxigênio Dissolvido – Métodos Eletrométricos e Óptico

Existem dois métodos instrumentais principais atualmente utilizados para a determinação de oxigênio dissolvido em amostras de água:

- Método do eletrodo de membrana, polarográfico ou galvânico, baseado na taxa de difusão do oxigênio molecular através de uma membrana. Trata-se de um método bastante recomenda-

do para análises em águas poluídas e também para efluentes (APHA; AWWA; WEF, 2023).

- Método do eletrodo óptico que utiliza sensores baseados em luminescência para determinar a emissão de luz que é, então, correlacionada com a concentração de OD (APHA; AWWA; WEF, 2023).

O método eletroquímico é a aplicação historicamente mais utilizada e apresenta uma velocidade de detecção relativamente alta, mas seu processo de detecção consome oxigênio, e os sensores baseados neste princípio requerem calibração e manutenções com maior frequência (WEI et al., 2019).

De acordo com Wolfbeis (2015), os métodos ópticos estão substituindo os eletroquímicos por uma série de razões, entre elas o fato do O_2 não ser consumido durante as medições, os sensores poderem ser projetados para uma ampla faixa de concentração e os sensores ópticos funcionarem bem, mesmo em condições ambientais ou químicas hostis.

A qualidade dos resultados depende da escolha do equipamento e da sua correta utilização. Especificamente para o ensaio de oxigênio dissolvido, deve-se atentar que a variável depende, pelo menos, de 3 fatores: pressão, temperatura e salinidade e estes devem ser levados em consideração.

Independente da escolha de um dos métodos mencionados, alguns pontos devem ser levados em consideração:

- Realizar o ajuste do equipamento pelo menos em 1 ponto, utilizando ar saturado;
- Checar o sistema de medição utilizando-se água saturada, sempre que possível, ou ar saturado;
- Checar periodicamente o sensor de temperatura do equipamento;

- Verificar se o equipamento utilizado realiza compensação devido à pressão. Caso não haja compensação, o ajuste do equipamento deverá sempre ser realizado no local do ensaio;
- No caso de ensaio em águas salinas ou salobras, atentar-se para a necessidade de correção/compensação com base na salinidade da amostra. Essa compensação é realizada a partir da inserção do valor de salinidade no medidor de oxigênio dissolvido ou pode ocorrer automaticamente nos casos de equipamentos multiparâmetro que possuam sensor de condutividade/salinidade.

Procedimento para ensaio de oxigênio dissolvido

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde, garrafa de profundidade e copo de fluxo, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas;
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura.

NOTA 1: Para evitar aeração, não transferir amostra do equipamento de coleta para outro recipiente para a realização do ensaio.

NOTA 2: Acoplar o mecanismo de agitação de amostra sempre que for recomendado pelo fabricante do equipamento (Fig. 8.2).



Figura 8.2. Checagem do sistema de medição de OD (eletrodo de membrana com sistema de agitação) em água saturada.
Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

8.2.2 Oxigênio Dissolvido – Método de Winkler Modificado pela Azida Sódica

O método iodométrico (Winkler) modificado pela azida sódica ainda é um método muito utilizado para a determinação do oxigênio dissolvido.

Pode ser empregado para a determinação de concentrações de oxigênio dissolvido superiores a 0,1 mg/L em corpos d'água em geral, águas de abastecimento, águas residuárias e águas do mar.

Este método não é aplicável a amostras que contenham interferentes, como sulfito, tiossulfato, politionato, cloro livre e hipoclorito. Nesses casos, podem ser empregadas outras modificações do método iodométrico ou métodos instrumentais (eletrodo de membrana ou óptico).

A coleta de amostra é realizada com a utilização de equipamentos apropriados, que não permitem a aeração da amostra, como batiscafo para coleta de amostras de superfície ou garrafa do tipo van Dorn (fluxo vertical ou horizontal) para coleta em profundidade.

Procedimento de coleta para ensaio de oxigênio dissolvido pelo método iodométrico (Winkler) modificado pela azida sódica

Materiais e reagentes necessários para a preservação da amostra:

- Batiscafo ou garrafa tipo van Dorn;
- Frasco de vidro de 300 mL tipo DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio);
- Solução de sulfato manganoso 2,14M;
- Reagente alcali-iodeto azida;

Procedimento:

- Coletar a amostra com auxílio de batiscafo (coleta na superfície), ou com garrafa (coleta em profundidade), enchendo o frasco do tipo DBO. A amostra não deve ser agitada ou ter contato com o ar;
- Adicionar imediatamente 1 mL de solução de sulfato manganoso, em seguida, 1 mL de solução reagente alcali-iodeto azida, tendo o cuidado de verter lentamente os reagentes na borda do frasco e não trocar a ordem dos reagentes. O sulfato manganoso reage com a azida para produzir um precipitado flocoso de hidróxido manganoso que pode variar de branco até marrom, dependendo da concentração de oxigênio dissolvido;
- Fechar bem o frasco de DBO, sem deixar bolhas de ar no interior;
- Agitar bem o frasco fechado para dispersar o precipitado de hidróxido manganoso uniformemente na amostra;
- Deixar o precipitado sedimentar até aproximadamente a metade do volume do frasco. No caso de água do mar, o tempo de contato da amostra com o precipitado deve ser de, pelo menos, dois minutos;
- Agitar novamente muito bem, para que a reação seja completa;
- Armazenar a amostra em local ao abrigo da luz no caso dela ser encaminhada para o laboratório.

Atenção!

A amostra para ensaio de oxigênio dissolvido nunca deve ser refrigerada durante o transporte.

Procedimento para ensaio de oxigênio dissolvido – método iodométrico de Winkler modificado pela azida sódica

Materiais e reagentes necessários para titulação:

- Base, haste, garra, Erlenmeyer de 250 mL, bureta de 10 mL classe A;
- Pipeta volumétrica de 100 mL classe A ou tubo de Nessler de 100 mL graduado;
- Pera de laboratório, ou similar;
- Ácido sulfúrico concentrado;
- Solução de fluoreto de potássio 20%;
- Solução de tiossulfato de sódio 0,0125N (previamente fatorada);
- Solução de amido 2%.

Procedimento:

- Depois de realizado o procedimento acima para coleta e preservação da amostra, acrescentar 1 mL de solução de fluoreto de potássio 20% (**não** acrescentar essa solução no caso de água estuarina ou marinha);
- Acrescentar em seguida 1 mL de ácido sulfúrico concentrado, com cuidado, fechar o frasco e agitar muito bem para dissolver completamente o material precipitado;
- Transferir imediatamente 100 mL para um Erlenmeyer, com auxílio de um tubo de Nessler graduado ou pipeta volumétrica de 100 mL;
- Titular a amostra com uma solução de tiossulfato de sódio 0,0125N, previamente fatorada, até a detecção de cor amarelo palha;
- Acrescentar, cuidadosamente, algumas gotas da solução de amido, que irá conferir uma cor azulada à amostra;
- Continuar a titulação até o ponto final da virada de cor, dada pelo primeiro desaparecimento da cor azul característica;
- Anotar o volume gasto na bureta (V1).

Expressão do resultado:

A concentração de oxigênio dissolvido é dada por:

Concentração OD (mg/L) = V1 x 2 x Fc

V1 = Volume de tiossulfato gasto na bureta;

Fc = fator de correção da solução de tiossulfato de sódio.

8.3 Condutividade

A condutividade de uma amostra é a sua capacidade de conduzir uma corrente elétrica. É diretamente proporcional à concentração de sais dissolvidos (cátions e ânions), que são partículas carregadas eletricamente e que permitem a condução de eletricidade. Pode variar com a composição dos íons presentes na água, sendo representada em microSiemens por cm (µS/cm) em água doce ou miliSiemens por cm (mS/cm) em águas estuarinas ou marinhas.

Além da composição de íons, a condutividade de um corpo d´água pode variar com a época do ano, condições climáticas (precipitação e seca), com o uso do solo, mineração, etc., que interferem no padrão de drenagem, especialmente em locais com influência de despejos domésticos ou industriais, aumentando ou diminuindo a quantidade de íons. Despejos domésticos apresentam grande quantidade de íons, como amônio, cálcio, carbonatos, cloretos, fosfatos, magnésio, nitratos, nitritos, potássio, sódio, sulfatos, etc., aumentando a condutividade. Por outro lado, os materiais orgânicos (geralmente óleos, graxas, álcool, fenóis) não se ionizam no meio aquoso e, por isso, possuem pouca capacidade para conduzir eletricidade.

Apesar da análise da condutividade elétrica não especificar quais os íons estão presentes na amostra de água, ela pode contribuir para o reconhecimento de possíveis impactos ambientais na bacia de drenagem e auxiliar na avaliação da qualidade da água.

Um dos fatores que mais interfere no resultado de condutividade elétrica é a temperatura da amostra; quanto maior a temperatura, maior a condutividade. Por isso, para a obtenção da condutividade elétrica, é recomendável a correção da temperatura. Muitos aparelhos compensam diretamente a leitura da condutividade para 25 °C, sendo muito importante que o técnico aguarde a estabilização da temperatura durante a medição.

Os medidores de condutividade, de uma forma geral, baseiam-se em um sensor que mede a passagem de corrente elétrica. A referência é construída a partir do ajuste do equipamento com uma solução de

condutividade conhecida (determinação da constante de célula) e, uma vez que esse valor tenha sido definido, a condutividade de uma amostra de valor de condutividade desconhecido pode ser determinada.

A qualidade dos resultados depende da escolha do equipamento e da sua correta utilização. Especificamente para o ensaio de condutividade, deve-se levar em consideração os seguintes pontos:

- Realizar o ajuste do equipamento em 1 ponto, utilizando MRC (Material de Referência Certificado) de condutividade 1413 µS/cm (Fig. 8.3);
- Checar o sistema de medição utilizando-se MRC ou MR (Material de Referência) de valor compatível com a faixa de medição de interesse;
- Checar periodicamente o sensor de temperatura do equipamento;
- No caso de ensaio em águas salinas ou salobras, para uma melhor exatidão, pode-se realizar o ajuste do equipamento com MRC de condutividade na faixa de 10 mS/cm.

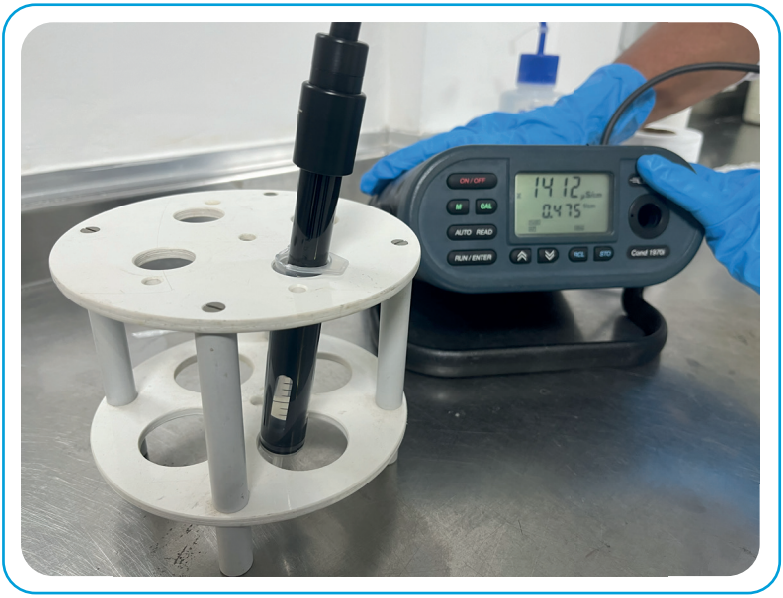


Figura 8.3. Ajuste de medidor de condutividade com MRC.
Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

Procedimento para ensaio de condutividade

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde, garrafa de profundidade e copo de fluxo, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas;
- Aguardar a estabilização da medição e realizar a leitura.

8.4 Salinidade

A salinidade é um fator ecológico que condiciona a fisiologia (regulação iônica, osmorregulação e equilíbrio ácido-base) e o metabolismo dos organismos de um corpo d´água, que apresentam diferentes tolerâncias às diferentes concentrações, podendo ser um agente estressor para a vida aquática.

A salinidade tem grande importância também na determinação das diferentes massas d´água dos oceanos, juntamente com temperatura e pressão, que apresentam características físicas e químicas que determinam a presença de comunidades biológicas distintas.

A salinidade absoluta é a concentração de todos os íons dissolvidos na água e, na prática, não pode ser medida diretamente, sendo necessária a determinação da salinidade prática (S). Os resultados são adimensionais, pois representam valores obtidos a partir de uma razão (gramas de sais por quilograma de água).

A salinidade prática pode ser determinada por métodos indiretos relacionados com medições de propriedades físicas como condutividade, densidade, índice de refração (com uso de refratômetro), entre outros.

A determinação da salinidade em campo é normalmente realizada com medidores de condutividade no modo de medição de salinidade, pois os resultados são obtidos por meio de conversões algorítmicas, a partir de valores de condutividade.

A qualidade dos resultados depende, então, de aspectos determinantes para o ensaio de condutividade, como descritos no item anterior. Adicionalmente, quando disponível, recomenda-se a checagem com MRCs ou MRs de salinidade.

Procedimento para ensaio de salinidade

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde ou garrafa de profundidade, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas;
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura.

8.5 Potencial Hidrogeniônico (pH) – Método Eletrométrico

O pH pode interferir nos diversos equilíbrios químicos que ocorrem naturalmente no ambiente ou em processos de tratamento de água. Com relação ao ambiente aquático, o pH pode afetar a fisiologia das espécies e exercer efeitos sobre a solubilidade dos elementos e das substâncias químicas, como metais e nutrientes. Variações nos valores de pH podem aumentar a toxicidade de determinadas substâncias e valores extremos podem ser letais para a grande maioria das espécies aquáticas. Episódios de florações do fitoplâncton podem também aumentar o pH das águas devido a elevada atividade fotossintética. A Resolução CONAMA 357/05 (BRASIL, 2005), por exemplo, estabelece uma faixa de pH entre 6,0 e 9,0 para as águas das Classes Especial, I e II, que são destinadas, entre outros usos, à preservação da vida aquática.

O pH é o cologarítimo da concentração de íons hidrogênio em uma amostra, expresso em mol/L. Seu valor varia de 0 a 14, onde água com pH menor que 7 é considerada ácida; com valor acima de 7 é considerada básica ou alcalina; e, com valor igual a 7 é considerada como uma água neutra. Por tratar-se de uma escala logarítmica, uma alteração de 1 unidade de pH está relacionada a uma mudança de 10 vezes na concentração dos íons hidrogênio.

Os medidores de pH são constituídos por um conjunto sensor--circuito eletrônico e a medição é realizada em função das leituras de tensão, em mV, que são convertidas em valores na escala de pH. A referência é construída a partir do ajuste do equipamento com soluções de pH de valores conhecidos, o que possibilita a obtenção dos resultados de amostras ambientais de valores desconhecidos.

O funcionamento geral dos eletrodos baseia-se na separação de dois meios de concentrações de pH diferentes (faixa ácida e alcalina) pela membrana. Desenvolve-se, então, entre os dois lados uma diferença de potencial que é proporcional à diferença de pH entre os meios, sendo esta diferença medida pelo eletrodo de medição contra o eletrodo de referência.

A qualidade dos resultados depende da escolha do equipamento e da sua correta utilização. Especificamente para o ensaio de pH, deve-se levar em consideração os seguintes pontos:

- Realizar o ajuste do equipamento em 3 pontos, utilizando MRCs de pH (Material de Referência Certificado);
- A escolha do conjunto de MRCs (por exemplo pHs 4,7 e 10 ou 4, 6,86 e 9,18) pode depender da configuração do equipamento disponível;
- Checar o sistema de medição utilizando-se MRC ou MR (Material de Referência) de valor compatível com a faixa de medição de interesse;
- Checar periodicamente o sensor de temperatura do equipamento.

Procedimento para ensaio de pH – método eletrométrico

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde, garrafa de profundidade ou copo de fluxo, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas (Fig. 8.4);
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura do resultado.

NOTA: O prazo máximo para este ensaio é de 15 minutos a partir do momento da coleta da amostra.



Figura 8.4. Determinação de pH em sedimento.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

8.6 Potencial de Oxirredução – Método Potenciométrico

A determinação do potencial de oxidação e redução ou ORP (do inglês *Oxidation Reduction Potential*), também conhecido como potencial redox, representa um fator de intensidade das condições redox de um sistema. As reações químicas em meio aquoso envolvendo elétrons e prótons são dependentes e podem ser caracterizadas pelo seu potencial hidrogeniônico (pH) e também pelo potencial redox, juntamente com a atividade de diversas espécies químicas dissolvidas no meio (APHA; AWWA; WEF, 2023). Dependendo destas duas variáveis, a mudança no estado de oxidação de alguns elementos, como

ferro, manganês, mercúrio, carbono, nitrogênio e enxofre, pode alterar a mobilidade e, em alguns casos, a toxicidade nos compartimentos ambientais (JARDIM, 2014).

Os resultados são expressos em milivoltagem (mV) e os valores obtidos são dependentes do eletrodo de referência utilizado, de forma que a conversão dos mesmos para resultados baseados no eletrodo padrão de hidrogênio (EPH) é fundamental para comparação e interpretação dos dados. A notação comumente empregada para esses resultados convertidos é E_H.

Resultados positivos de E_H indicam ambientes predominantemente oxidantes, enquanto resultados negativos estão associados a ambientes redutores. Segundo Salomons e Stigliani (1995), em sedimento, por exemplo, esses resultados podem ser comparados com algumas faixas de valores para as seguintes interpretações preliminares:

- $E_H > 300$ mV: zona oxidativa, valor associado à respiração aeróbia;
- $100 < E_H < 300$: zona de redução de nitrato e Mn^{4+}, valor associado à respiração anaeróbia facultativa;
- $-100 < E_H < 100$: zona de redução de Fe^{3+}, valor associado à respiração anaeróbia facultativa;
- $-200 < E_H < 100$: zona de redução de SO_4^{2-};
- $E_H < -300$: zona de formação de metano.

Os medidores de potencial redox são potenciômetros, como os medidores de pH, constituídos por um conjunto sensor-circuito eletrônico. O sensor, normalmente combinado, corresponde a um eletrodo de trabalho e um eletrodo de referência. A semelhança com a determinação de pH e aparente simplicidade do ensaio pode induzir a falhas na obtenção ou interpretação dos resultados devido a não correção dos resultados indicados nos equipamentos para E_H, pois esse resultado final depende do tipo de eletrodo de referência utilizado.

O potencial redox (E_H), portanto, é obtido da seguinte forma por:

$E_H = E_{medido} + E_{ref}$

Onde:

E_H = potencial redox (em mV) da amostra reportado em relação ao eletrodo padrão de hidrogênio (EPH)

E_{medido} = potencial direto obtido pela leitura no medidor

E_{ref} = potencial referente ao eletrodo de referência utilizado

A tabela abaixo (Tab. 8.1) apresenta alguns potenciais de referência a 25 °C de alguns dos principais eletrodos utilizados.

ELETRODO DE REFERÊNCIA	E_{ref} (mV)
Ag/Agcl (KCl 3 mol. L^{-1})	209
Ag/Agcl (KCl 3,5 mol. L^{-1})	205
Ag/Agcl (KCl Saturado)	199
Calomelano (KCl 3 mol. L^{-1})	255
Calomelano (KCl Saturado)	244

Tabela 8.1. Valores de Potencial Padrão (mV) de eletrodos de referência mais utilizados na determinação de potencial redox (E_H).

Como nos demais ensaios, a qualidade dos resultados depende da escolha do equipamento e da sua correta utilização. Especificamente para o ensaio de E_H, deve-se levar em consideração os seguintes pontos:

- Nem todo equipamento para medição de potencial redox permite ajuste, porém quando possível, realizá-lo em 1 ponto, utilizando MRCs de Potencial Redox (Material de Referência Certificado);
- Checar o sistema de medição utilizando-se Solução Zobell;
- Checar periodicamente o sensor de temperatura do equipamento.

Procedimento para ensaio de E_H – método eletrométrico

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde, garrafa de profundidade ou copo de fluxo, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas;
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura do resultado (E_{medido}).

NOTA 1: Não armazenar as amostras; analisar imediatamente em campo.

NOTA 2: Minimizar, sempre que possível, o contato da amostra com o ar atmosférico.

8.7 Temperatura

A temperatura da água (°C) é dada pela transferência natural de calor por radiação, convecção e condução, e é influenciada por diversos fatores, como condições climáticas e geográficas. Outras formas de origem antrópica podem alterar a temperatura de um corpo d´água, como efluentes de usina termoelétrica, efluentes domésticos, torres de resfriamento, entre outros.

A temperatura da água é um fator decisivo para a vida aquática e as faixas de temperatura ideal e a tolerância às variações extremas variam para cada espécie e ao longo do ciclo de vida. As variações de temperatura são menores e mais lentas na água do que no ar, contudo os organismos aquáticos geralmente têm amplitude mais estreita de tolerância à temperatura que os animais terrestres.

Os efeitos da poluição hídrica são, normalmente, potencializados com o aumento da temperatura, uma vez que sua elevação acarreta aumento da taxa metabólica, aumento da taxa respiratória (e consequentemente maior consumo de oxigênio), e maior gasto energético em um ambiente frequentemente com menores concentrações de oxigênio dissolvido. Além de sua importância biológica, a temperatura da água tem efeitos sobre a química da água (transporte de nutrientes, por exemplo).

A medição de temperatura pode ser realizada em diversas matrizes, como águas e sedimentos, com o uso de termômetros de imersão

portáteis ou também por meio dos sensores de temperatura integrados a outros sensores, como sensores de pH, condutividade e oxigênio dissolvido.

A qualidade dos resultados de temperatura depende majoritariamente da escolha do equipamento e, portanto, deve-se checar periodicamente o sensor de temperatura utilizado.

> ***Alerta!***
>
> Além da importância do ensaio de temperatura para a compreensão do ambiente, o que leva à necessidade de atenção e cuidados em sua determinação por si só, a medição da temperatura também é fundamental para a correta medição de outros ensaios, como pH, potencial redox, condutividade elétrica e oxigênio dissolvido.

Procedimento para ensaio de temperatura

- Coletar a amostra com o auxílio de equipamento apropriado, como balde, garrafa de profundidade ou copo de fluxo, conforme recomendações para cada matriz de interesse;
- Com o equipamento ligado, imergir o sensor/sonda na amostra e realizar movimentos não turbulentos para eliminar possíveis bolhas;
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura do resultado.

NOTA: O ensaio deve ser realizado, sempre em campo, o mais breve possível após a tomada da amostra.

A determinação de temperatura do ar, normalmente utilizada para possíveis associações com condições ambientais no momento da coleta, pode ser realizada com os mesmos equipamentos descritos anteriormente. Porém, por praticidade, é mais comum o uso de termômetros portáteis específicos para essa finalidade.

Procedimento para ensaio de temperatura de ar

- Limpar e **secar** o sensor, se necessário,
- Determinar a temperatura do ar, preferencialmente à sombra, mantendo o sensor na posição vertical e evitando que caiam sobre ele gotas de água;
- Aguardar a estabilização das medições e realizar a leitura do resultado.

8.8 Transparência

A luz é um fator limitante para o desenvolvimento e crescimento da vida aquática e o grau de transparência da água interfere na taxa de fotossíntese, no crescimento dos organismos aquáticos (fotossintetizantes ou não) e no metabolismo do ecossistema. Em termos de compartimentos luminosos, os corpos d´água podem ser divididos em zona fótica (com até 1% da luz superficial), onde ocorre atividade fotossintética, e zona afótica (região sem luz).

A transparência é uma medida que estima a penetração da luz solar na coluna d´água pela determinação da profundidade em que o disco de Secchi deixa de ser visível na superfície da água; quanto maior a visibilidade, maior a transparência. A transparência da água varia bastante ao longo do dia e entre os diferentes ecossistemas, podendo sofrer influência de diversos outros fatores que reduzem ou aumentam a visibilidade do disco de Secchi, como padrão de circulação da água, geoquímica da bacia, regime pluviométrico da região, densidade e tipo de material particulado em suspensão, cor da água, presença de ventos fortes, nebulosidade, entre outros.

Apesar de ser um método simples, o resultado da transparência pode variar com a capacidade visual do técnico e sua determinação requer alguns cuidados, tais como: realizar a medição na sombra para diminuir os reflexos da superfície da água, manter o cabo do equipamento na posição vertical, e não realizar a leitura imediatamente após possível ressuspensão de sedimentos do fundo por procedimento de ancoragem, por exemplo.

Para a medição da transparência com disco de Secchi (Fig. 8.5), com resultados expressos geralmente em metros, é necessário observar as seguintes condições, sempre que possível:

- o operador deve se posicionar de tal maneira que sua visão fique vertical ao eixo central do disco;
- realizar a determinação em condições de céu claro, preferencialmente à sombra;
- selecionar um local com pouca agitação ou ondas.

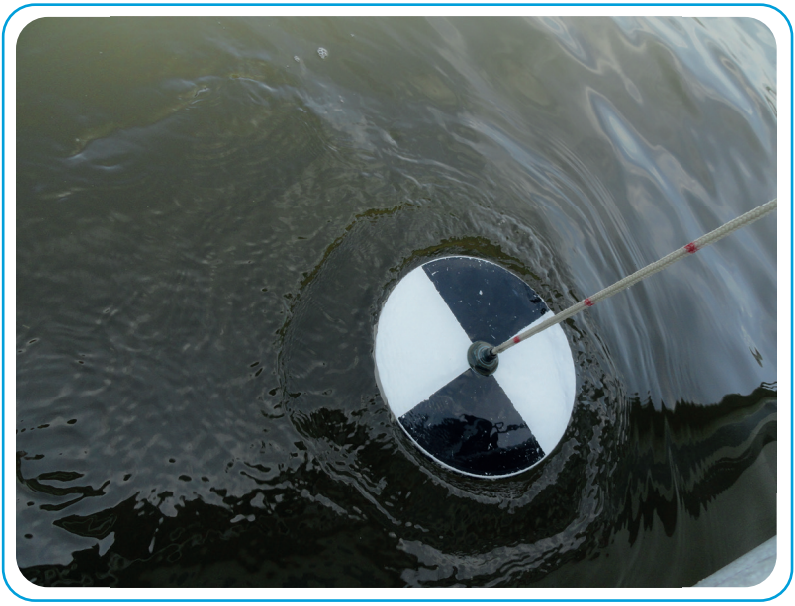


Figura 8.5. Determinação de transparência com Disco de Secci.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

Atenção!

O disco de Secchi é submerso no local onde será realizada a determinação até o seu desaparecimento do campo visual.

Repetir a operação para certificação de que o disco está no seu limite de visualização e efetuar a medição de seu desaparecimento do campo visual no cabo graduado de apoio do equipamento.

8.9 Turbidez – Método Nefelométrico

O ensaio de turbidez verifica a redução da transparência de uma amostra aquosa/líquida pela presença de materiais em suspensão e/ou coloidais, e os seus resultados (bem como os de sólidos não dissolvidos) variam em função da época de chuvas e do aporte alóctone afluente devido ao transporte do material das margens pela erosão, cargas difusas ou de despejo de efluentes. Em águas subterrâneas, os valores de turbidez geralmente são baixos, mas podem ser alterados pela presença de contaminantes (oriundos de esgotos, por exemplo) ou por falhas nos procedimentos de coleta.

Os sólidos que influenciam a turbidez podem ser de origem orgânica (algas, bactérias, detritos orgânicos, etc.) ou inorgânica (silte, argila, areia, etc.). Por alterar a transparência, podem afetar significativamente a produtividade biológica do ambiente aquático.

A turbidez é a capacidade da água em dispersar a radiação solar pela interferência de partículas em suspensão, que podem ou não ter cor própria. O método mais utilizado é o nefelométrico, que é um método secundário, indireto, baseado na determinação da intensidade de luz dispersa pela amostra num ângulo de 90° em relação à direção da luz incidente, comparada com a intensidade de luz dispersa por uma suspensão-padrão, e os resultados são apresentados em NTU (*Nephelometric Turbidity Units*).

Os procedimentos para o ensaio de turbidez podem ser classificados em estáticos e dinâmicos. Os ensaios estáticos envolvem a tomada de amostra, isto é, as águas são removidas do seu fluxo natural e uma porção da mesma é, então, medida em um turbidímetro portátil ou por meio da imersão de um sensor específico no recipiente de coleta. Já os dinâmicos são aqueles que envolvem a imersão dos sensores diretamente no corpo d´água.

Os resultados das medições feitas em condições estáticas podem diferir daqueles obtidos sob condições dinâmicas porque as técnicas de medição estática não sofrem influência dos processos de sedimentação das partículas, enquanto as técnicas dinâmicas refletem a natureza do movimento de partículas dentro do corpo d´água. Tais diferenças são particularmente mais evidentes quando a amostra apresenta quantidade elevada de sólidos em suspensão e/ou sedimentáveis.

Outros pontos importantes a serem considerados é a necessidade de homogeneização das amostras em situações de medição estática e a importância do estabelecimento de critérios de tomada de decisão para obtenção dos resultados durante o uso de técnicas dinâmicas, uma vez que as medições com sondas diretamente no corpo d´água podem gerar resultados que não estabilizam devido à própria dinâmica do ambiente.

Devem ser levados em consideração os seguintes pontos para os ensaios de turbidez:

- Realizar o ajuste do equipamento utilizando-se MRCs (Material de Referência Certificado) de turbidez com valores que contemplem a faixa de trabalho;
- Checar o sistema de medição utilizando-se MRC ou MR (Material de Referência) de valor compatível com a faixa de medição de interesse;
- Realizar ensaios de branco a cada lote de ensaios.

Procedimento para ensaio de turbidez com turbidímetro portátil

- Lavar a cubeta com água reagente e secá-la;
- Coletar a amostra conforme recomendações para cada matriz de interesse e transferir uma alíquota da amostra para a cela até a marcação;
- Homogeneizar a amostra, inserir a cela no equipamento e fechar a porta da cela (Fig. 8.6.);
- Acionar a medição e realizar a leitura do resultado.

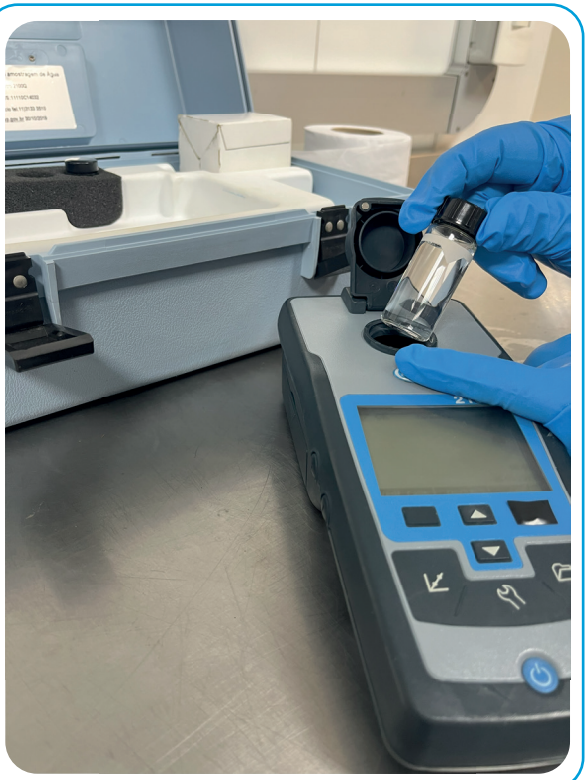


Figura 8.6. Determinação de turbidez em água tratada, inserção da cela no equipamento.
Foto: Renan Lourenço de O. Silva/Banco de imagens CETESB.

> ***Fique ligado!***
>
> Para a determinação da turbidez, especialmente com sondas, atentar-se para recomendações específicas de cada tipo de equipamento, como valores indicados para construção da curva de calibração e necessidade de recipientes específicos para essa etapa.

8.10 Sólidos Sedimentáveis – Método do Cone Imhoff

Os sólidos presentes em um corpo d´água podem estar em suspensão (sedimentáveis e não sedimentáveis) e dissolvidos (voláteis e fixos). Em relação aos sólidos sedimentáveis, compreendem todo material sólido de densidade superior ao da água que sedimenta por ação da gravidade em uma amostra aquosa. Como a turbidez, indica a influência de chuvas e o transporte de material de origem alóctone.

O princípio do método consiste na sedimentação, por ação da gravidade, dos sólidos de densidade superior ao da água presentes em amostras de águas em repouso durante uma hora. O equipamento utilizado no ensaio é o cone Imhoff, que é um recipiente transparente e graduado que pode conter, ou não, uma torneira em sua parte inferior (Fig. 8.7).



Figura 8.7. Ensaio de sólidos sedimentáveis em campo com o Cone Imhoff.
Foto: Carlos Jesus Brandão/Banco de imagens CETESB.

O cone Imhoff deve ser molhado antes de adicionar a amostra para evitar aderência nas paredes e o ensaio não requer qualquer preservação química, podendo ser analisado em campo ou no laboratório em até, no máximo, 48 horas após a coleta (APHA; AWWA; WEF, 2023).

Fica a dica!

Deve-se manter o cone Imhoff sempre limpo, para evitar a introdução de interferentes no ensaio.

Procedimento para ensaio de sólidos sedimentáveis em campo – método do cone Imhoff

Materiais:

- Cone Imhoff, de 1 L, de vidro ou de plástico, com graduação;
- Bastão de vidro;
- Suporte para cone;
- Cronômetro.

Determinação:

- Acondicionar o cone Imhoff molhado no suporte;
- Homogeneizar e transferir aos poucos 1 L da amostra para o cone Imhoff, homogeneizando durante todo o processo de transferência;
- Deixar em repouso por 45 minutos;
- Com um bastão de vidro, deslocar delicadamente as partículas aderidas à parede do cone com movimentos circulares, para que as mesmas possam sedimentar;
- Deixar sedimentar por mais 15 minutos;
- Verificar o volume sedimentado (em mL/L).

NOTA 1: Amostras com alto teor de sólidos ou coloração muito intensa podem não apresentar sedimentação visível no cone Imhoff.

NOTA 2: Caso a fase sedimentada apresente heterogeneidade no momento da leitura, cancelar a determinação e efetuar novo ensaio.

8.11 Dados e Observações de Campo

Conforme mencionado no Capítulo 3, o registro detalhado das atividades de campo é fundamental para a rastreabilidade do processo de amostragem e compreende não somente as informações básicas referentes à atividade de coleta (descrição do local, data, horário, responsáveis, equipamentos utilizados, resultados de ensaios de campo, etc.), mas também as características e/ou ocorrências do ambiente no momento da tomada das amostras que, apesar de não serem consideradas ensaios de campo propriamente ditos, fornecem subsídios para a interpretação do conjunto de resultados analíticos das amostras e, consequentemente, da qualidade ambiental.

A aparência geral de uma amostra ou de um local de coleta pode ser descrita por meio de suas características visíveis, ou observáveis, como a alteração de cor, ou a presença de sólidos em suspensão, óleos

e graxas, organismos, odor, materiais flutuantes, de lançamento de esgotos/efluentes e do regime de vazão e/ou nível de água.

A seguir são apresentados alguns comentários sobre os principais dados de campo registrados nas rotinas de amostragem.

A ocorrência de chuvas em períodos que antecedem a coleta de amostras pode causar alterações em características gerais dos ambientes aquáticos, como vazão, e representar o aumento considerável de material em suspensão e poluentes em um determinado corpo d´água, por meio de processos de escoamento superficial, mas também pode ser responsável pela diluição de determinados contaminantes.

A coloração visual pode indicar a presença de cor artificial devido a presença de corantes provenientes de fontes antrópicas, bem como alterações na cor natural de um ambiente devido a alterações na dinâmica hidrossedimentar ou à ocorrência de floração de algas ou cianobactérias, sendo que neste último caso pode-se inferir a respeito do estado trófico do ambiente.

Em relação à presença de materiais flutuantes nos corpos d´água, pode-se mencionar a existência de materiais naturais, como folhas, galhos e macrófitas aquáticas, e também sólidos objetáveis que representam materiais não naturais e indesejáveis ao ambiente, como dejetos e lixos de um modo geral.

A observação de manchas características de presença de óleos e graxas e também a percepção de odores são bons indicativos do lançamento de efluentes nos corpos d´água ou de possível ocorrência de florações de cianobactérias e podem ser uma ferramenta para direcionar a inclusão de novos pontos de amostragem ou de ensaios específicos.

Recomenda-se, portanto, que todas essas observações, ou outras que o técnico de coleta julgar pertinente, sejam apontadas de forma clara e organizada e, sempre que possível e aplicável, sejam feitos registros fotográficos.

8.12 Monitoramento Automático da Qualidade das Águas

Denomina-se automático o monitoramento que é realizado por dispositivos capazes de realizar, registrar, processar os ensaios de interesse e, em sistemas mais sofisticados, interpretar os dados de forma automática e sistemática, sem a necessidade constante de supervisão por parte de um operador.

Como o monitoramento é constante e ininterrupto, permite detalhar com mais precisão a evolução da qualidade das águas ao longo de períodos de interesse, com a identificação de eventos cíclicos ou pontuais como, por exemplo, descargas clandestinas de efluentes, mau funcionamento de estações de tratamento de efluentes ou contribuições difusas durante episódios de chuvas. Esses eventos manifestam-se em curtos intervalos de tempo e dificilmente seriam detectados em monitoramentos convencionais nos quais a coleta de amostras dá-se de forma manual.

Diferentemente do monitoramento convencional da qualidade das águas, que consiste na amostragem manual, ensaios de campo pontuais e análises laboratoriais de uma extensa gama de ensaios com periodicidade tipicamente bimestral/trimestral, o monitoramento automático consiste na determinação *online* de poucos parâmetros relacionados às condições de qualidade dos corpos hídricos. Os principais ensaios monitorados nas estações automáticas são pH, oxigênio dissolvido, condutividade elétrica, temperatura e turbidez. A seguir, são abordados os principais componentes de uma estação automática de monitoramento da qualidade das águas.

8.12.1. Abrigo para Equipamentos

O abrigo deve ser dimensionado para prover condições para a operação ininterrupta dos equipamentos e sistemas de uma estação automática. O contêiner (Figura 8.8A) é uma solução interessante para o abrigo, uma vez que permite a instalação de uma bancada com pia, na qual é possível fazer manutenção dos equipamentos de medição,

tornando o local um pequeno laboratório que pode servir como ponto de apoio para estações ao redor. Nos locais onde o espaço disponível para o abrigo é menor, o gabinete (Figura 8.8B) apresenta-se como uma solução bastante viável, podendo ser dotado de toldo retrátil e mesa escamoteável para utilização de notebook, além de travas de segurança.



Figura 8.8. Abrigos para estações automáticas: (A) Contêiner da Estação Automática Rio Grande/CETESB; (B) Gabinete da Estação Automática Pindamonhangaba/CETESB.

Fotos: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

A escolha do local para instalação do abrigo é de extrema importância e deve considerar:

- Infraestrutura, tal como disponibilidade de água e energia elétrica;
- Segurança patrimonial (contra furtos, vandalismo, etc.);
- Possíveis eventos críticos (vazões de cheia e de estiagem) associados ao corpo hídrico, e os respectivos níveis d'água.

8.12.2 Sistema de Aquisição e Transmissão de Dados

O sistema de aquisição e transmissão de dados (Fig. 8.9) é composto por:

- *Datalogger*, que armazena os dados gerados pelos equipamentos medidores e coordena as ações de aquisição e transmissão das informações;
- Adaptador de sinal, que pode ser necessário para equipamentos com protocolos de comunicação distintos;
- Solução para transmissão dos dados, que pode ser um modem GPRS (celular), rede ethernet ou satélite, dependendo da disponibilidade local;
- Botões para ativar/desativar a gravação de dados dos equipamentos medidores, que podem ser úteis durante procedimentos de manutenção da estação;
- Disjuntores para a proteção elétrica dos diversos equipamentos.

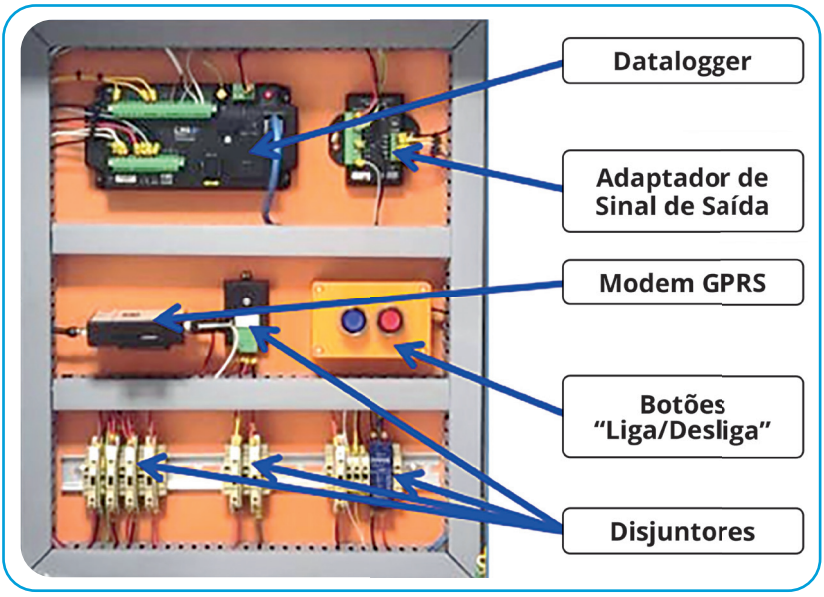


Figura 8.9. Sistema de aquisição e transmissão de dados de uma estação automática.
Foto: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

Outro item essencial para uma estação automática é o estabilizador de tensão + *no break*, que ajuda a prevenir a sobrecarga dos equipamentos, aumentando a sua vida útil, além de possibilitar a operação da estação por um período adicional no caso de falta de energia.

8.12.3. Medidor Online (Sonda Multiparâmetro)

Sondas multiparâmetro têm sido utilizadas com bastante sucesso, tanto nas medições pontuais, quanto no monitoramento de longo prazo da qualidade das águas. Trata-se de equipamentos com um corpo tipicamente cilíndrico e sensores instalados em uma das suas extremidades, o que lhes permite realizar vários ensaios e medições simultaneamente. Esses equipamentos possuem um compartimento de baterias e memória interna, o que viabiliza a operação de forma autônoma, realizando a gravação das medidas com uma frequência pré-determinada (Fig. 8.10). Como a sonda multiparâmetro é instalada diretamente no corpo hídrico e opera por longos períodos, um dos riscos associados é a bioacumulação nas superfícies dos sensores, o que pode interferir diretamente nas medidas. Nesse sentido, torna-se essencial um sistema de autolimpeza desses sensores, solução já oferecida por diversos fabricantes.



Figura 8.10 – Manutenção de sonda multiparâmetro: (A, B e C) limpeza e calibração dos sensores de oxigênio dissolvido, pH e condutividade elétrica

Fotos: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

A escolha da solução para instalação da sonda multiparâmetro deve levar em consideração:

- As condições de fluxo (vazão) na seção de interesse;
- A profundidade adequada para medição;
- As variações de nível d'água e vazão do corpo hídrico, com especial atenção para os eventos críticos:
- Vazões de cheia, nas quais há transporte de grandes elementos, como troncos de árvore, que podem chocar-se com o equipamento medidor e danificá-lo;
- Vazões mínimas, nas quais o nível d'água diminui significativamente e alguns pontos do trecho monitorado deixam de ser representativos (água parada) ou ficam secos;
- O acesso para os técnicos operadores (incluindo a necessidade de uso de embarcação) e de segurança patrimonial para os equipamentos.

Uma solução que tem sido utilizada com bastante sucesso é instalação com guindaste metálico (Fig. 8.11), na qual a sonda multiparâmetro é instalada em dispositivo flutuante preso ao guindaste por um cabo de aço. Esse dispositivo flutuante pode ser uma simples boia ou, nos casos em que há risco de choque de objetos com a sonda, num cesto metálico perfurado. Um contrapeso deve ser acoplado ao guindaste com objetivo de garantir a manutenção locacional do dispositivo flutuante frente às variações de nível do corpo hídrico. Outras soluções viáveis são flutuantes do tipo catamarã, tubos metálicos perfurados e boias com sistema de telemetria.

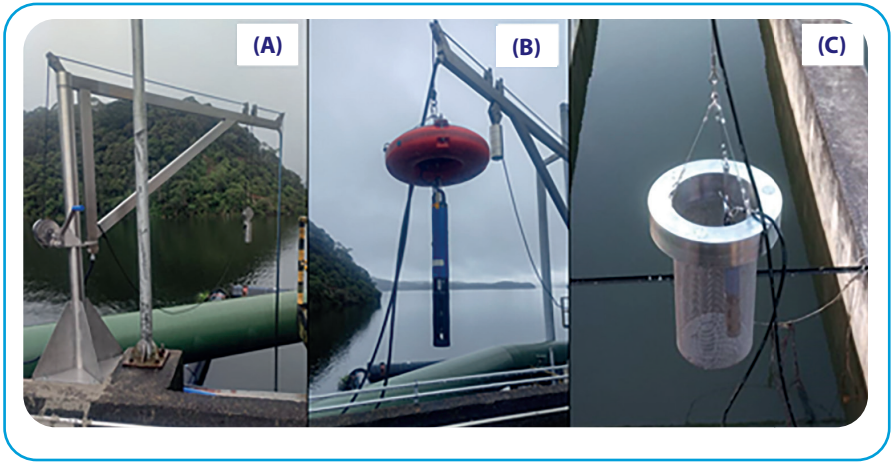


Figura 8.11. Soluções para instalação da sonda multiparâmetro no corpo hídrico: (A) guindaste metálico dotado de contrapeso com cabo de aço; (B) dispositivo flutuante acoplado a guindaste; (C) cesto metálico perfurado.

Fotos: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

8.12.4. Outros Equipamentos Medidores

Pode ser interessante aproveitar toda a infraestrutura de uma estação automática para instalação de outros equipamentos medidores, cujas medidas podem ser registradas e transmitidas à central de gerenciamento juntamente com os dados de qualidade das águas. Alguns equipamentos realizam medidas quantitativas muito importantes para a correta interpretação dos dados de qualidade, e podem ser facilmente integrados à estação automática, tais como:

- Pluviômetro, que mede a precipitação (chuva). A instalação desse equipamento deve seguir as orientações da *World Meteorological Organization* – WMO, com especial atenção para a distância mínima de objetos que possam configurar obstáculos à medição de chuva (Fig. 8.12A);
- Sensor de nível d'água, cujas medidas podem ser convertidas em vazão quando se dispuser de uma curva cota-vazão (curva-chave) para a seção. A instalação desse equipamento deve considerar as condições de fluxo no trecho do curso hídrico,

para que seja possível estabelecer uma correlação válida entre nível d'água e vazão (Fig. 8.12B).

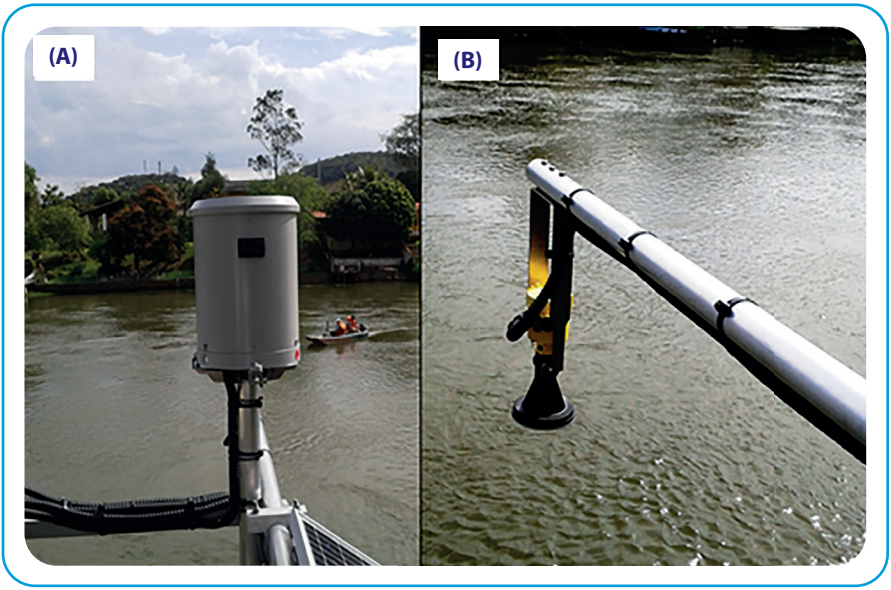


Figura 8.12. Equipamentos medidores: (A) Pluviômetro do tipo báscula; (B) Sensor de nível d'água tipo radar.

Fotos: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

A manutenção de uma estação automática envolve a verificação, limpeza e ajuste dos equipamentos medidores. A frequência de manutenção pode variar de semanal a mensal, dependendo basicamente da qualidade da água monitorada: em corpos hídricos menos impactados, como reservatórios e trechos de rio próximos à cabeceira, a frequência de manutenção tende a ser menor, enquanto em corpos hídricos mais impactados, ou com maior risco de bioacumulação nos sensores, a manutenção deve ser mais frequente.

Diante disso, é possível elencar uma série de fatores para um sistema de monitoramento *online* da qualidade das águas bem-sucedido:

- Gerenciamento dedicado;
- Técnicos treinados para operação e manutenção;

- Suporte de informática: sistemas supervisório e de gerenciamento de dados, notebooks e servidores;
- Estoque de consumíveis: sensores, membranas, padrões de ajuste e checagem, etc.;
- Equipamentos sobressalentes: sondas multiparâmetro, *data-loggers*, etc.;
- Veículos e embarcações.

Considerando todos os equipamentos e sistemas envolvidos, tanto a implantação quanto a operação de uma estação automática podem ser bastante onerosas. Dessa forma, alguns critérios devem ser considerados na escolha de um ponto para monitoramento automático:

- Relevância ambiental do ponto (corpo hídrico em processo de despoluição, manancial, etc.);
- Representatividade do trecho, considerando os contribuintes e boa mistura da massa d'agua;
- Condições naturais e de infraestrutura (existente e a implantar) que garantam a sustentabilidade operacional da estação automática pelo período de tempo planejado.



CAPÍTULO 9

MEDIÇÃO DE VAZÃO

9. MEDIÇÃO DE VAZÃO

Cada vez mais se tem reconhecido a importância da interpretação conjunta dos dados de quantidade (vazão) e qualidade. A informação de vazão de um corpo d´água (ou despejo de efluentes) aliada aos dados de qualidade possibilita o cálculo das cargas poluidoras, expressas em quantidade por unidade de tempo, geralmente kg/dia ou t/ano. Em se tratando de um processo industrial, a vazão permite determinar o balanço de massa no sistema para um determinado elemento.

As medições de vazão fazem uso de vários métodos e dispositivos, dependendo de uma série de fatores, tais como: objetivo da medição; porte do curso de água; tipo, variabilidade e regime do escoamento; acessibilidade ao local; recursos técnicos, humanos e econômicos e tempo disponíveis.

A vistoria prévia do local é imprescindível para a definição do método de medição mais adequado. Nessa etapa, pode ser necessário que o técnico de campo estime a vazão por métodos simples, como o volumétrico ou com uso de flutuadores.

9.1 Medição de Vazão em Canais Abertos

Rios, córregos e ribeirões constituem canais abertos cujas vazões podem ser determinadas por vários métodos, podendo-se citar como os principais:

- volumétrico;
- com flutuadores;
- área-velocidade;
- acústico;
- com traçadores;
- com dispositivos de geometria regular.

A medição de vazão em canais abertos considera parâmetros característicos da seção de interesse, relacionados:

- à geometria da seção: área molhada, largura superficial, profundidade, dentre outros;
- ao escoamento: distribuição de velocidades da massa líquida na seção.

Esses parâmetros variam com o nível d´água, cuja leitura é realizada com a instalação de réguas limnimétricas na seção (Fig. 9.1), e podem ser definidos como:

- Área molhada: área da seção transversal ocupada por água e expressa em metros quadrados;
- Largura superficial: comprimento da linha horizontal da área molhada, expressa em metros;
- Profundidade: distância da superfície livre de água ao leito, podendo ser dada em termos da média, máxima e em determinada vertical.



Figura 9.1. Réguas limnimétricas.
Foto: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

9.1.1 Método Volumétrico

O método volumétrico consiste em se medir o tempo necessário para o enchimento de um recipiente de volume conhecido. Um balde ou tambor pode ser usado no caso de pequenas vazões, mas o conceito pode ser ampliado para o reservatório de uma usina hidrelétrica.

Quando aplicável, o método é tão mais preciso quanto forem o volume do recipiente/reservatório e o tempo medido para completá-lo. Em função do tempo de reação inerente ao ser humano na cronometragem, não devem ser escolhidos recipientes que impliquem tempos de enchimento muito curtos, recomendando-se, no mínimo, 100 segundos.

A vazão será obtida pela divisão do volume coletado pelo tempo medido.

9.1.2 Medição com Flutuadores

A estimativa da velocidade com o uso de flutuadores é uma alternativa simples e rápida, mas com precisão limitada. Recomenda se escolher um trecho de curso d´água retilíneo que apresente margens paralelas, declividade do leito constante e profundidade uniforme no sentido longitudinal.

Esse método é aceitável somente nos seguintes casos:

- Ocorrência de cheias com velocidades e profundidades impeditivas ao uso de embarcação para medição com equipamento apropriado;
- Escoamentos com velocidades extremamente baixas em que o uso de velocímetro seja inviável.

O flutuador é posicionado no meio do rio ou canal, permitindo-se que ele percorra um pequeno trecho antes de se iniciar a cronometragem. Dessa forma, o objeto adquire, praticamente, a mesma velocidade da água que o circunda. A velocidade superficial é obtida dividindo-se a distância percorrida pelo tempo medido. A velocidade média na seção é estimada multiplicando-se a velocidade superficial pelo fator 0,85.

Estimando-se a área da seção transversal de escoamento, a vazão é calculada como o produto dessa área pela velocidade média de escoamento.

9.1.3 Método Área-Velocidade

O método convencional de medição de vazões por área-velocidade é bastante utilizado e serve de referência aos demais métodos, consistindo em se determinar a área molhada e a velocidade média na seção transversal de interesse, obtendo-se a vazão como o produto dessas duas grandezas.

Para que sejam consideradas as variações da geometria do leito e a distribuição de velocidades da massa líquida, a seção é dividida em um número significativo de subseções, delimitadas por verticais (linhas imaginárias contidas no plano da seção transversal e perpendiculares à superfície livre de água). A distância entre verticais depende da largura do rio. O extinto Departamento Nacional de Águas e Energia Elétrica – DNAEE, hoje Agência Nacional de Energia Elétrica – ANEEL, recomendava as distâncias entre verticais relacionadas na tabela 9.1.

LARGURA DO RIO (m)	DISTÂNCIA ENTRE VERTICAIS (m)
≤ 3	0,30
3 – 6	0,50
6 – 15	1,00
15 – 30	2,00
30 – 50	3,00
50 – 80	4,00
80 – 150	6,00
150 – 250	8,00
≥ 250	12,00

Tabela 9.1. Distância recomendada entre verticais.

Fonte: DNAEE, 1967 *apud* Santos *et al.*, 2001.

É importante tomar nota do nível d´água ao início e final dos trabalhos, sendo desejável que o mesmo não se altere significativamente durante a medição.

Em cada vertical, é realizada a medição da profundidade (p). Calculando-se a profundidade média de cada subseção e multiplicando pela sua largura, tem-se a área. A soma dessas áreas constituirá a área molhada da seção.

Concomitantemente, são medidas as velocidades em diferentes profundidades de cada vertical, de forma se obter a velocidade média (Fig. 9.2). No Brasil, normalmente é empregado o método simplificado ou dos dois pontos para a determinação da velocidade média:

- se p < 0,60 m, a velocidade é medida em um único ponto da vertical a 0,6p;
- se p ≥ 0,60 m, a velocidade é medida em dois pontos a 0,2 e 0,8p.

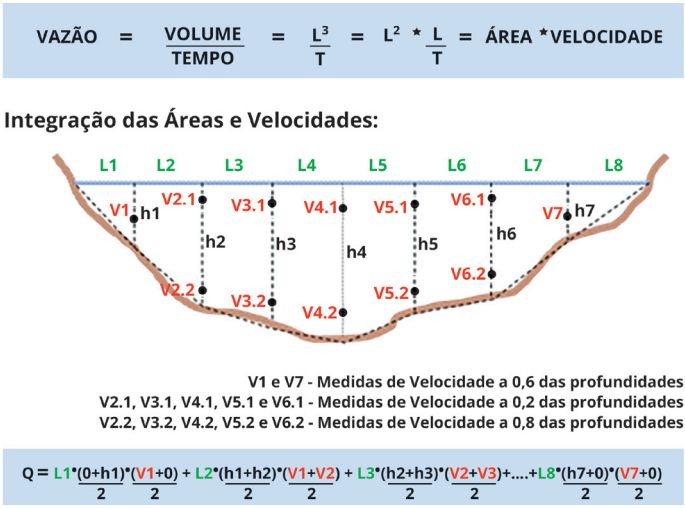


Figura 9.2. Cálculo de vazão pelo método Área-Velocidade.
Fonte: Luis Altivo Carvalho Alvim/CETESB.

O procedimento mais utilizado no Brasil para o cálculo da vazão é o da Meia Seção, segundo o qual vazões parciais são calculadas para

cada subseção, com uma vertical ao centro e delimitada pelas semidistâncias às verticais adjacentes. Dessa forma, a área de cada subseção será dada pelo produto da soma das semidistâncias pela profundidade da vertical. Multiplicando-se essa área pela velocidade média na vertical, tem-se a vazão parcial nessa subseção. A soma dessas vazões parciais resultará na vazão total da seção.

A seção de medição deve ser escolhida com critério, de forma a que os seguintes requisitos sejam atendidos:

- Deve situar-se em trecho retilíneo do rio;
- Deve ser a mais regular possível, sem obstáculos – blocos de pedra, bancos de areia, dentre outros – no fundo e nas margens;
- Não devem ser observadas zonas de estagnação ou de remanso, bem como de deflexão da corrente.

Uma seção com as características citadas apresenta uma desejável distribuição paralela de velocidades. Caso haja posto fluviométrico próximo e se deseje associar a vazão a ser determinada ao nível d´água, não há necessidade da medição de vazão dar-se na seção de réguas limnimétricas, tomando-se o cuidado de que inexista contribuição importante entre elas, sejam afluentes naturais ou despejos.

Tradicionalmente, a medição da velocidade é realizada com molinete hidrométrico (Fig. 9.3), um equipamento constituído de um eixo ao qual é acoplada uma hélice calibrada e um contato elétrico que aciona um contador de rotações. O número de rotações por segundo dessa hélice correlaciona-se à velocidade da massa líquida por meio de uma equação fornecida pelo fabricante do equipamento.

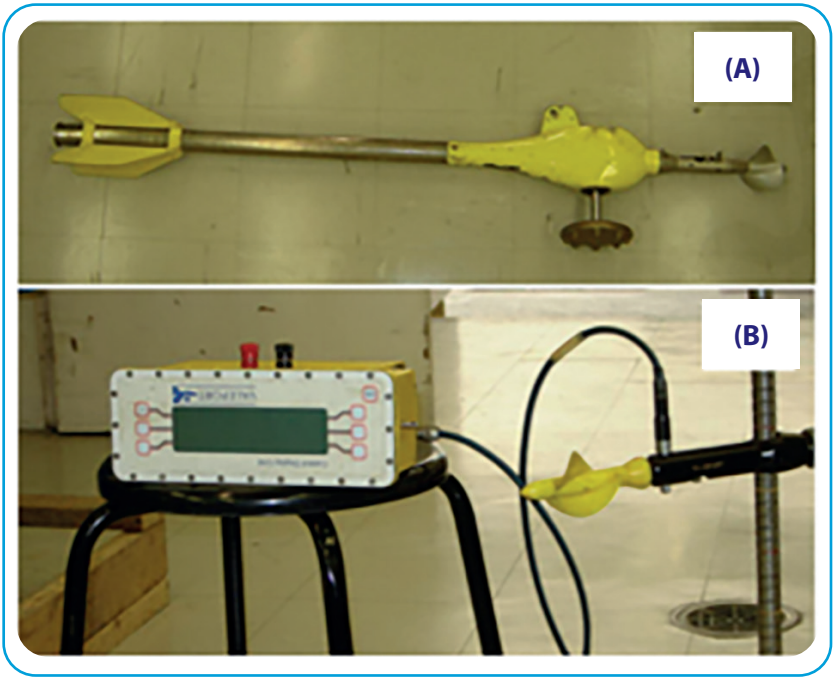


Figura 9.3. Molinete hidrométrico (A) e contador de rotações (B).
Fotos: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

No entanto, com o desenvolvimento de novas tecnologias para medição da velocidade da d'água, os tradicionais molinetes hidrométricos têm sido cada vez menos utilizados. Atualmente, pode-se contar com medidores acústicos (velocímetro acústico por efeito Doppler – ADV) e eletromagnéticos, que realizam medidas bastante precisas e necessitam de menor manutenção. A esses equipamentos são acoplados *displays* com sistemas que processam os dados gerados e calculam automaticamente a vazão, além de avaliarem a qualidade de cada medição.

A medição de vazão em pequenos cursos d´água, onde a profundidade é inferior a 1 m e a velocidade possibilita que o operador se equilibre de pé no canal, requer poucos equipamentos e pode ser feita a vau (Fig. 9.4). Em se tratando de rios maiores, a medição poderá ser feita sobre ponte ou com embarcação, e necessita o uso de outro método, o qual será abordado a seguir.



Figura 9.4. Medição de vazão a vau com medidor ultrassônico.
Foto: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

9.1.4 Método Acústico

Trata-se do estado da arte em medição de vazão. O método acústico utiliza os equipamentos denominados perfiladores acústicos de corrente por efeito doppler, em inglês *acoustic doppler current profiler*, mais conhecidos pela sigla ADP ou ADCP (Fig. 9.5). A aplicação desse método teve início nos EUA na década de 1980 e já na década de 1990 chegou ao Brasil, onde vem se difundindo nas instituições que desenvolvem trabalhos de hidrometria.



Figura 9.5. Medição de vazão com perfilador acústico de corrente por efeito doppler (ADCP) acoplado a um pequeno catamarã.

Foto: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

Em rios de menor porte, nos quais seja possível posicionar uma corda de um lado a outro, utiliza-se um pequeno catamarã projetado especificamente para suportar o medidor. Em rios maiores, o ADCP pode ser afixado na lateral de uma embarcação para a travessia. Os círculos em sua face inferior são chamados transdutores e emitem pulsos de ultrassom que são refletidos pelas partículas sólidas em suspensão na massa líquida e pelo fundo do canal. Esses transdutores devem estar submersos durante a medição, a qual consiste em atravessar a seção de interesse uma ou mais vezes. Durante a travessia, são registrados, simultaneamente: perfil de fundo ou batimetria, perfis e direções de velocidade e a trajetória descrita pelo barco.

Os dados coletados na água são transmitidos por rádio, e em tempo real, a um *notebook* com o *software* específico de cada fabricante. Dessa forma é possível visualizar possíveis fontes de erro para a medição, como obstáculos submersos (troncos, rochas, etc.). Como

resultado, o *software* emite um relatório da medição com informações como a batimetria da seção, largura e área molhadas.

Entre os principais benefícios do ADCP, podemos citar:

- Medição de vazão em grandes profundidades, podendo chegar a mais de 200 m;
- Uso em oceanografia, onde a velocidade e direção das correntes variam consideravelmente;
- Alta precisão na determinação das velocidades e profundidades;
- Medições mais rápidas, com menos equipamentos embarcados, dispensando-se o uso de cabo de aço na seção e lastro;
- Obtenção da vazão imediatamente ao final de cada travessia;
- Alta produtividade e baixíssima manutenção.

Por outro lado, podem ser apontadas como desvantagens ou limitações do ADCP:

- Custo relativamente elevado de aquisição;
- Inadequação para medição de vazão em águas cristalinas ou com turbidez muito baixa;
- Como a medição é realizada com o aparelho parcialmente submerso e tem início e fim a certa distância das margens, na camada superficial e nas duas extremidades da seção, a vazão não é medida, sendo apenas estimadas as velocidades;
- Como a medição é realizada com o aparelho parcialmente submerso, corpos d´água muito rasos não admitem o método.

9.1.5 Medição com Traçadores

Consiste na injeção, em determinado ponto do rio, de uma quantidade conhecida de um traçador e medição da sua concentração em ponto a jusante (Fig. 9.6). O traçador deve ser uma substância que se misture bem à massa d'água, e possuir uma propriedade que permita

sua identificação e quantificação no corpo hídrico, como fluorescência (rodamina WT, fluoresceína), radioatividade (I^{137}, Br^{82}) ou condutividade elétrica (cloreto de sódio). A escolha do sal deve levar em consideração os seguintes aspectos: custo; alta solubilidade em água e não ser corrosivo ou tóxico. Também é muito importante que a substância escolhida como traçador já não esteja presente no corpo hídrico.

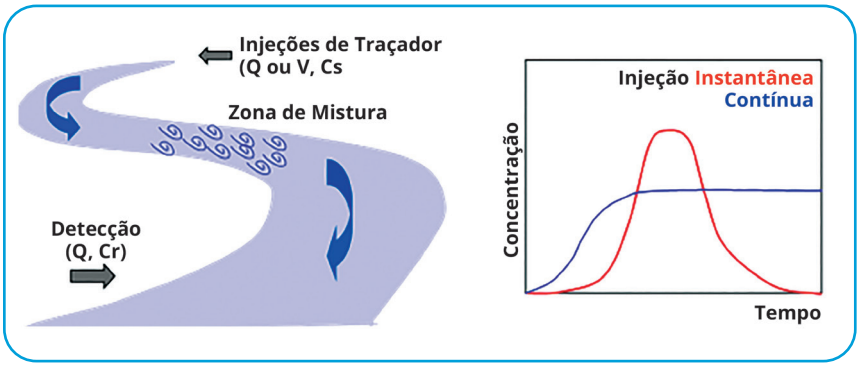


Figura 9.6. Injeção de traçador num curso d'água e representação da variação da sua concentração no ponto de detecção.

Fonte: Luis Altivo Carvalho Alvim/Banco de imagens CETESB.

A distância entre o ponto de injeção e o ponto de detecção do traçador deve ser suficiente para garantir a mistura completa do mesmo na massa d'água, tanto longitudinal quanto transversalmente no canal.

(a) Injeção Contínua

O método químico por injeção contínua de uma vazão constante de traçador baseia-se no princípio de que a diluição sofrida pela solução injetada é diretamente proporcional à vazão do corpo d´água. Dessa forma, a uma distância a jusante o suficiente para que a mistura solução-água do rio esteja completa, é medida a concentração do produto adicionado na água.

A vazão do corpo d´água é dada por:

$$Q = q \cdot \frac{C_s}{C_r}$$

Onde:

Q = vazão do rio (m^3/s)

q = vazão injetada de solução (L/s)

C_s = concentração da solução (g/L)

C_r = concentração na água do rio (mg/L)

(b) Integração

O método por integração ocorre quando um volume conhecido de solução é despejado em determinado ponto do rio e, numa seção a jusante onde a mistura completa já tenha ocorrido, amostras são tomadas durante todo o tempo de passagem da solução salina.

A vazão é dada pela equação seguinte, onde a concentração do sal nas amostras é integrada no tempo:

$$Q = \frac{V \cdot C_s}{\int_0^T C_r \cdot dT}$$

Onde:

Q = vazão do rio (m^3/s)

V = volume de solução despejado (L)

Cs = concentração da solução (g/L)

Cr = concentração variável do sal na água do rio (g/L)

T = tempo de passagem da solução pela seção de amostragem (s).

Nessa variante do método químico, é importante que nenhuma parcela da solução despejada seja retida em pontos de remanso ou de água parada.

9.1.6 Medição com Dispositivos de Geometria Regular

Os dispositivos de geometria regular, como as calhas Parshall e os vertedores, são utilizados para medição de vazão devido ao fato de as relações cota-vazão serem conhecidas. Uma vez que as dimensões desses dispositivos são padronizadas, se forem fielmente reproduzidas em campo, poder-se-ão utilizar as equações determinadas em laboratório para o cálculo da vazão.

Esses dispositivos aplicam-se à medição de pequenas vazões, no máximo 5 m^3/s.

(a) Calha Parshall

A calha Parshall (Fig. 9.7) é um exemplo de canal de controle utilizado para medições contínuas de descarga e não requer caixa de tranquilização a montante.

Suas principais desvantagens são a maior complexidade construtiva e de instalação. Por outro lado, apresenta as seguintes vantagens em relação aos vertedores:

- não altera significativamente as condições naturais do corpo d´água, como a circulação de sedimentos, nutrientes e vida aquática;
- uma única estrutura permite medir uma ampla faixa de vazões.

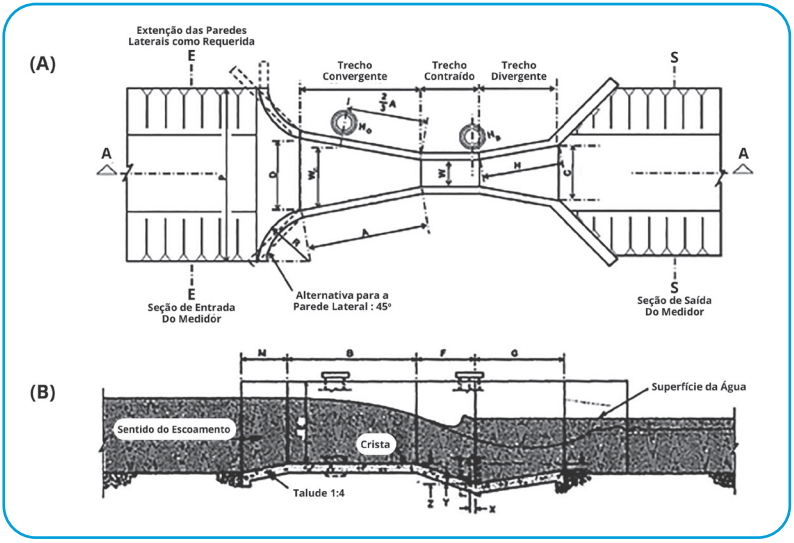


Figura 9.7. Calha Parshall: (A) Vista superior em corte de uma calha Parshall; (B) Vista lateral em corte longitudinal de uma calha Parshall.

Fonte: CETESB, 1988.

A vazão é dada por:

$$Q = 2{,}2 \cdot W \cdot H_a^{\,3/2}$$

Onde: Q = vazão (m^3/s)

W = largura da garganta (m)

H_a = carga na seção convergente (m)

O coeficiente de descarga adimensional 2,2 é válido para 0,30 < W < 2,45.

Os símbolos utilizados pelas disposições construtivas são interrelacionados e estão contidos nos manuais de hidráulica. A largura da garganta é o tamanho nominal do Parshall e as demais dimensões dependem desse valor. A equação mostrada somente pode ser aplicada se a calha apresentar a veia de jusante (medida por H_b) com escoamento livre.

Para a obtenção de vazões válidas, é de fundamental importância o respeito às normas técnicas, tanto na construção quanto na instalação da calha Parshall.

(b) Vertedores de Soleira Delgada

Um vertedor de soleira delgada consiste em uma placa fina que intercepta transversalmente o fluxo d´água, provocando uma elevação a montante e vertendo para jusante. Os vertedores de parede delgada (Fig. 9.8) distinguem-se dos de soleira espessa pela largura da soleira. Se for possível observar paralelismo dos filetes na soleira, o vertedor é dito de soleira espessa.

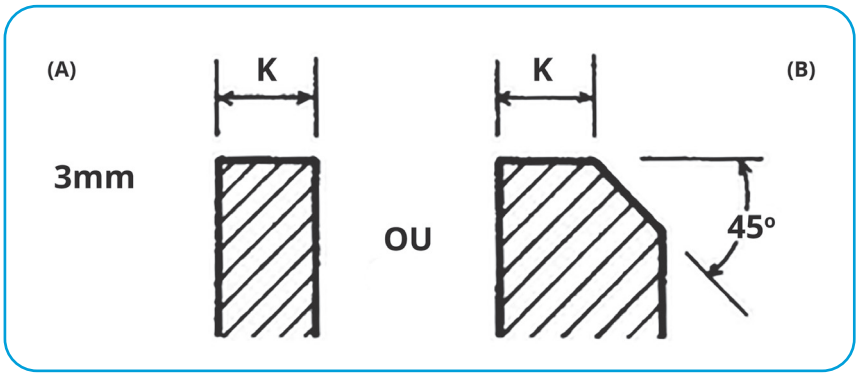


Figura 9.8. Vertedores de parede delgada: (A) Soleira delgada; (B) Soleira espessa.
Fonte: CETESB, 1988.

O formato do recorte na placa por onde a água escoa _ triangular, retangular, trapezoidal e outros – determina o tipo de vertedor e a formulação estabelecida para o cálculo da vazão, conforme mostrado na Figura 9.9.

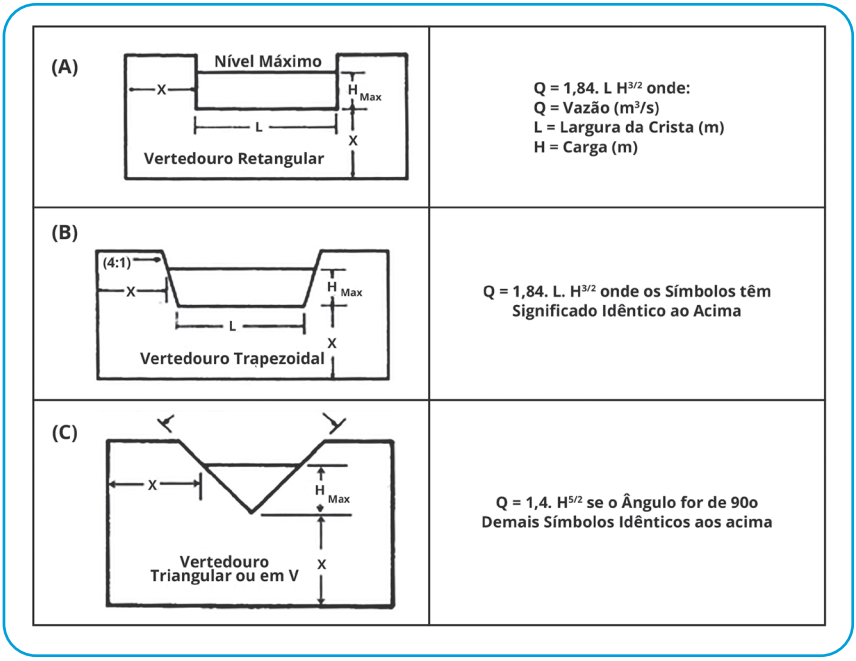


Figura 9.9. Vertedores de parede delgada: (A) Vertedouro retangular e cálculo da vazão; (B) Vertedouro trapezoidal e cálculo da vazão; (C) Vertedouro triangular ou em "v" e cálculo da vazão.

Fonte: CETESB, 1988.

Os coeficientes de vazão (1,84; 1,86; 1,4) variam em função do vertedor. Os valores de L e X são dados em função de Hmax, que é a altura máxima da lâmina d'água em metros, descontado o bordo livre, isto é: L é pelo menos 3 Hmax, X é pelo menos 2 Hmax.

Como forma de tornar o escoamento a montante do vertedor o mais regular possível, pode-se instalar uma caixa de tranquilização (Fig. 9.10 e 9.11). As dimensões da caixa podem variar para se adaptar às condições reinantes em cada local, desde que resultem em escoamento tranquilo. Adicionalmente, podem ser instaladas chicanas antes da lâmina do vertedor.

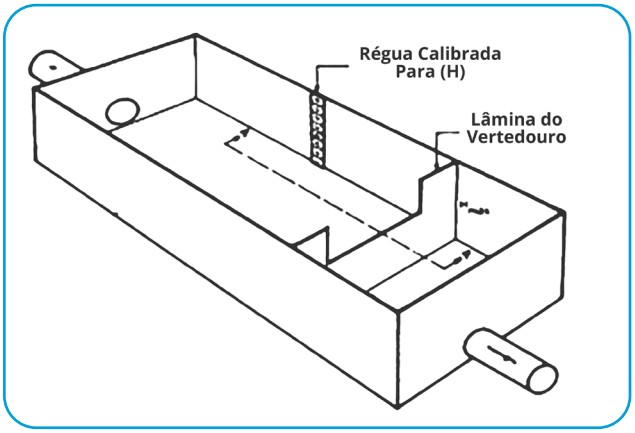


Figura 9.10. Caixa de tranquilização com vertedor interno.
Fonte: CETESB, 1988.

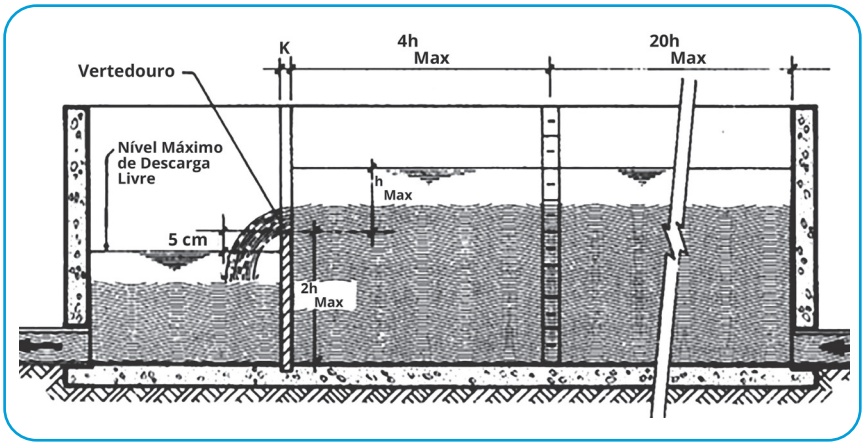


Figura 9.11. Caixa de tranquilização – corte longitudinal.
Fonte: CETESB, 1988.

9.2 Medição de Vazão com Dispositivos Instalados em Tubos

A seguir são apresentados os dispositivos medidores de vazão instalados em tubos, com seus desenhos esquemáticos e formulação básica. São eles: Medidor Venturi (Fig. 9.12), bocais e orifícios (Fig. 9.13), tubo de Pitot (Fig. 9.14), medidor magnético (Fig. 9.15) e rotâmetro (Fig. 9.16).

9.2.1 Medidor Venturi

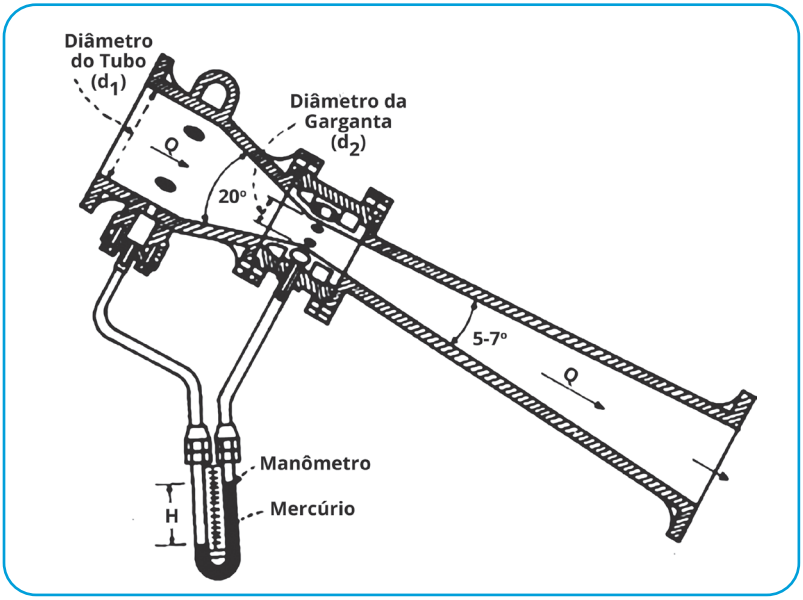


Figura 9.12. Medidor Venturi.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = 0{,}98.A.K.\sqrt{H}$$

Onde:

Q = vazão (m^3/s)

A = área da garganta (m^2)

$$K = \frac{2.g}{\sqrt{1-\left(\frac{d_2}{d_1}\right)^4}}$$

d_1 = diâmetro do tubo (m)

d_2 = diâmetro da garganta (m)

$\boldsymbol{g}$ = aceleração da gravidade (9,81 m/s^2)

H = carga diferencial de pressão (m)

Obs.: O coeficiente 0,98 já considera o fato de haver mercúrio no manômetro.

Nota: A Convenção de Minamata, ratificada pelo Brasil em agosto de 2017, traz uma série de recomendações e moratórias em relação ao uso de produtos que contêm mercúrio devido aos riscos associados a esse elemento químico.

9.2.2 Medição com Bocais e Orifícios

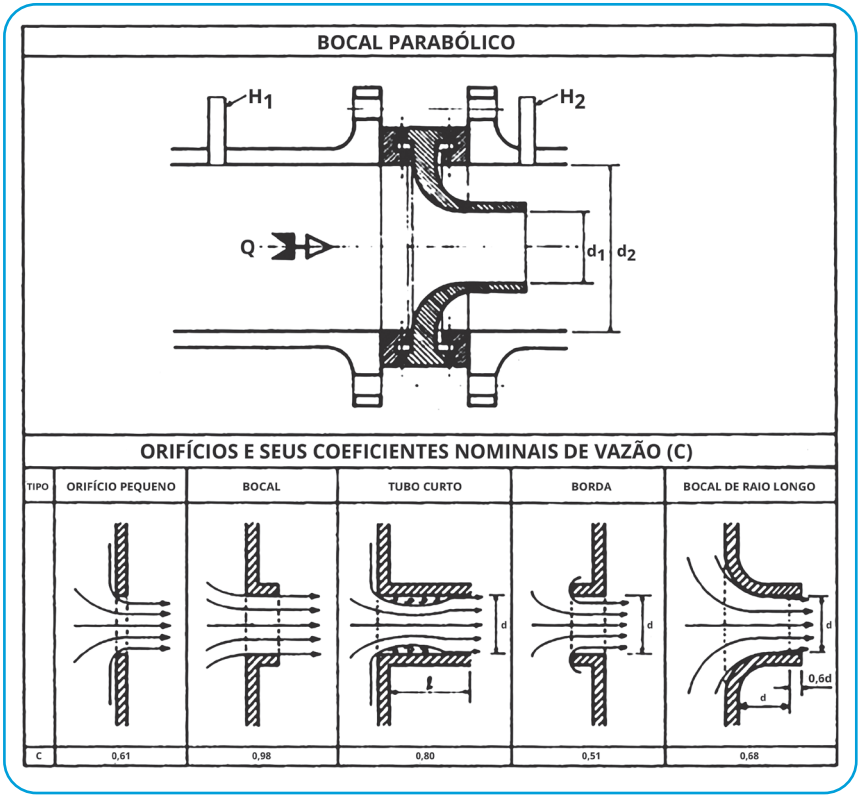


Figura 9.13. Bocais e orifícios para medição de vazão.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = C.A.K.\sqrt{H}$$

Onde:

$\boldsymbol{A}$ = área da seção (m^2)

$\boldsymbol{Q}$ = vazão (m^3/s)

$\boldsymbol{C}$ = coeficiente de vazão adimensional para cada tipo de orifício ou bocal

$K = 4{,}42$

$\boldsymbol{H} = \boldsymbol{H}_1 - \boldsymbol{H}_2$, carga hidráulica (mca)

Os bocais distinguem-se dos orifícios e dos tubos a partir da relação entre comprimento e diâmetro (d). Esta relação também influi nos coeficientes de vazão e na velocidade do escoamento, se o orifício estiver instalado em uma canalização.

9.2.3 *Tubo de Pitot*

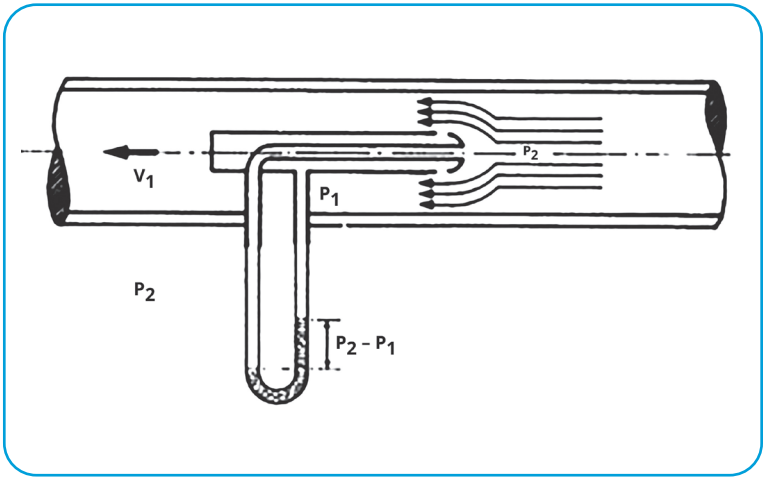


Figura 9.14. Tubo de Pitot.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = S \,.\, V$$

Onde:

Q = vazão (m^3/s)

S = área da seção (m^2)

V = velocidade média na seção (m/s)

$$V \cong H.\sqrt{2.g}$$

Onde:

g = aceleração da gravidade (9,81 m/s^2)

$H = P2 - P1$ (mca)

A velocidade média na seção é obtida variando-se a posição do bocal. Genericamente, a velocidade média oscila entre 0,5 e 0,8 da velocidade no eixo.

9.2.4 Medidor Magnético

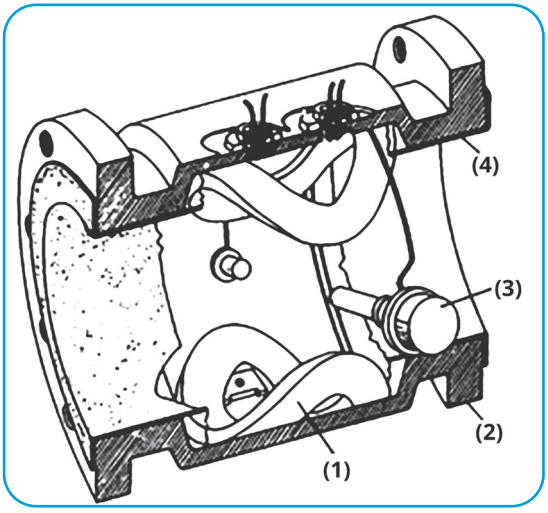


Figura 9.15. Medidor magnético.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = Vv \,.\, V_T \,.\, B$$

Onde:

Q = vazão

Vv = voltagem induzida e proporcional a Vm

Vm = velocidade média

VT = a voltagem *Vv* amplificada é levada a um compensador, a corrente alternada é transformada em contínua e levada ao multiplicador e conduzida ao acumulador cuja leitura indica *VT*.

B = característica da seção transversal do conduto (diâmetro)

A formulação é equivalente a ***Q = Vm.F***, que pode ser obtida por leitura direta do equipamento calibrado.

O medidor magnético pode ser instalado externamente a uma canalização, embora os eletrodos entrem em contato com o líquido.

9.2.5 Rotâmetro

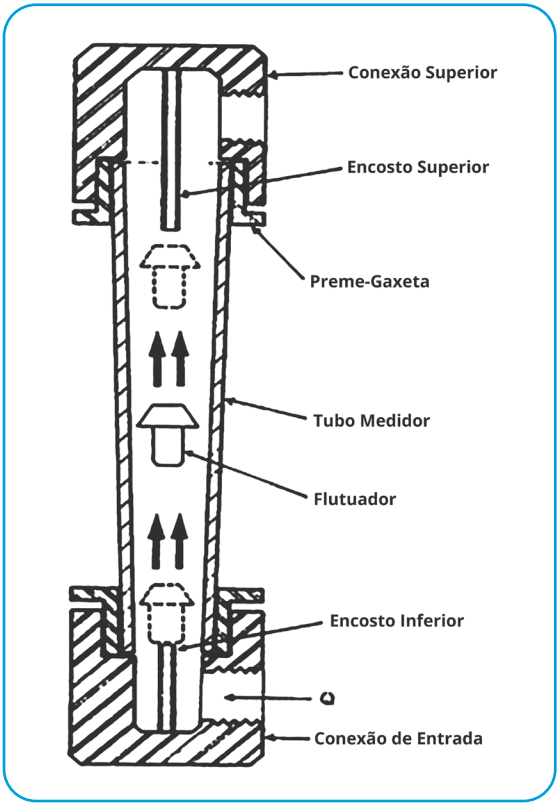


Figura 9.16. Rotâmetro.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = K.\left(\alpha^2 - 1\right)\alpha.\sqrt{\frac{\pi}{2}}.D_f.\sqrt{\frac{F}{\varphi}}$$

Onde:

Q = vazão

K = coeficiente de descarga (fluidos teóricos e reais)

μ = relação entre diâmetro do tubo medidor e do flutuador

Df = diâmetro do flutuador

F = força que atua no flutuador, dependendo da diferença de densidade entre flutuador e líquido

φ = densidade do líquido

O rotâmetro é utilizado em líquidos claros e limpos. É um equipamento preciso e de baixo custo, sendo a vazão obtida por leitura direta no tubo medidor, já graduado de forma conveniente.

9.3 Medição de Vazão em Tubos com Descarga Livre

A vazão em tubos com descarga livre pode ser obtida a partir do método das coordenadas geométricas do jato (Figs. 9.17 e 9.18) e método Califórnia (Figs. 9.19, 9.20 e 9.21).

9.3.1 Método das Coordenadas Geométricas do Jato

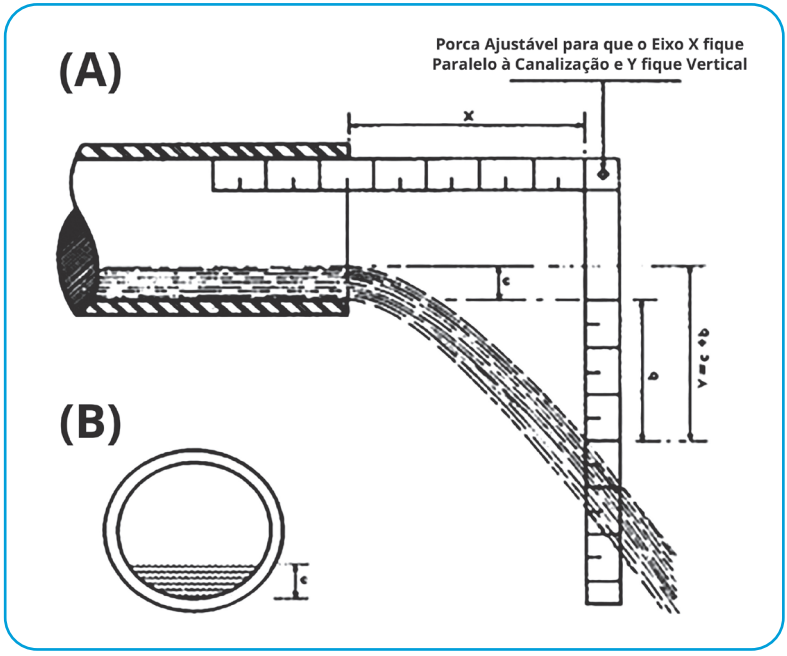


Figura 9.17. Método das Coordenadas Geométricas do Jato: (A) Vista em corte longitudinal do tubo; (B) Detalhe do corte frontal do tubo.

Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = 2{,}21 \cdot \frac{A \cdot X}{Y}$$

Onde:

Q = vazão (m^3/s)

A = área da seção molhada (m^2)

X = distância na horizontal (m)

Y = distância na vertical (m)

$Y = c + b\ (m)$

c = profundidade na canalização (m)

b = distância do fundo do conduto até a superfície do líquido que escoa (m)

O coeficiente 2,21 é obtido a partir do equacionamento hidráulico, considerando a veia fluída em escoamento sob ação da gravidade.

Para conduto ou canalização inclinada (Fig. 9.18), o dispositivo deve ser ajustado à inclinação do conduto e calibrado, podendo então ser acoplado à extremidade do conduto. Recomenda-se sua utilização para ângulos de inclinação pequenos.

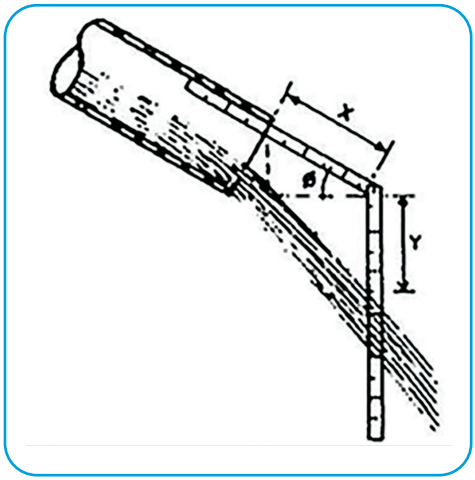


Figura 9.18. Aplicação do Método das Coordenadas Geométricas do Jato a canalizações inclinadas.
Fonte: CETESB, 1988.

9.3.2 Método Califórnia

O Método Califórnia é indicado para condutos horizontais (Fig. 9.19). No caso de condutos inclinados, estes devem ser ligados a um comprimento de tubo horizontal por meio de uma mangueira, como ilustrado na Figura 9.20.

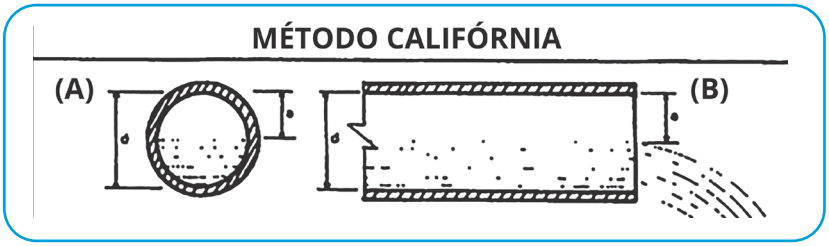


Figura 9.19. Método Califórnia: (a) Detalhe do corte frontal do tubo; (B) Vista em corte longitudinal do tubo.

Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = K \cdot h^{1,88}$$

Onde:

Q = vazão (L/s)

K = coeficiente de descarga que depende das características do conduto (m)

$K = 0{,}057 + 0{,}01522\ d$ (cm)

d = diâmetro do conduto (cm)

h = altura da lâmina d'água (cm)

$h = d - a\ (m)$

a = altura do conduto não tomada pelo líquido (cm)

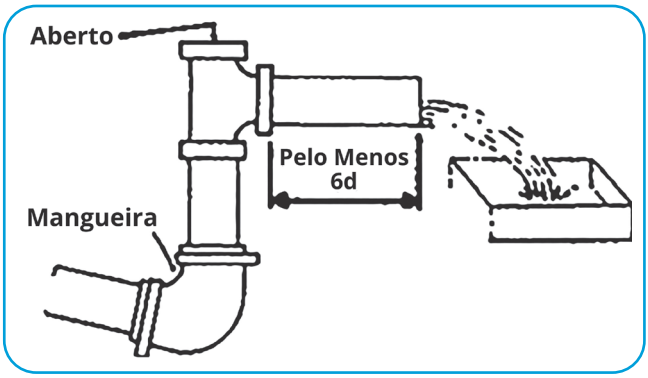


Figura 9.20. Método Califórnia para condutos inclinados.
Fonte: CETESB, 1988.

Existe também o Método Califórnia Modificado, que é uma adaptação aos tubos cheios horizontais ou inclinados (Fig. 9.21). O ângulo pode variar, mas o valor de Y é fixo e igual a 0,25 m. O valor 12,5 é obtido algebricamente a partir do equacionamento, considerando escoamento sob ação da gravidade.

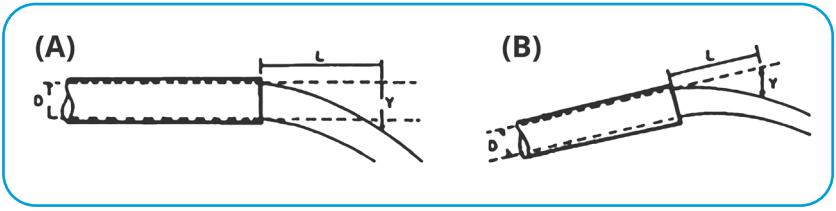


Figura 9.21. Método Califórnia Modificado: (A) Tubo horizontal; (B) Tubo inclinado.
Fonte: CETESB, 1988.

$$Q = 12{,}5 \,.\, X \,.\, D^2$$

Onde:

Q = vazão (L/h)

X = L = comprimento na horizontal (cm)

D = diâmetro interno do tubo (cm)

Y = distância na vertical (m)

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **ABNT NBR 15847:** Amostragem de água subterrânea em poços de monitoramento – Métodos de purga. 1. ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. **ABNT NBR 15469:** Ecotoxicologia – Coleta, preservação e preparo de amostras. 3. ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2021.

ALGARTE, V. M.; RODRIGUES, L.; LANDEIRO, V. L.; SIQUEIRA, T.; BINI, L. M. Variance partitioning of deconstructed periphyton communities: does the use of biological traits matter? **Hydrobiologia**, v. 722, p. 279-290, 2014.

AMARAL, A. C. Z.; MORGADO, E. H.; FERREIRA, C. P.; LEITE, F. P. P. Distribuição da macrofauna bêntica da zona entremarés, em praias do litoral do Estado de São Paulo. *In*: Mini – Simpósio de Biologia Marinha, 7, São Sebastião. **Resumos...** São Sebastião: CEBIMar – USP, p. 8, 1988.

AMARAL, A. C. Z.; MORGADO, E. H.; LOPES, P. P.; BELÚCIO, L. F.; LEITE, F. P. P.; FERREIRA, C. P. Composition and distribution of the intertidal macrofauna of sand beaches on São Paulo Coast. *In*: Simpósio de Ecossistemas da Costa Sul e Sudeste Brasileira: Estrutura, Função e Manejo, 2, Águas de Lindóia. **Anais ACIESP**, São Paulo, v. 3, p. 258-279, 1990, supl. 71.

AMARAL, A. C. Z.; MORGADO, E. H.; LOPES, P. P. Aspectos da zonação da macrofauna entremarés de praias do litoral norte do Estado de São Paulo. *In*: Congresso Brasileiro de Zoologia, 18, Salvador, **Resumos...** Salvador: UFBA, p. 502, 1991.

AMARAL, A. C. Z.; PARDO, E. V.; MORGADO, E. H.; REIS, M. O.; SALVADOR, L. B.; LIMA, L. H. Sobre a macroinfauna bêntica entremarés de praias da Ilha de São Sebastião. *In*: Simpósio de Ecossistemas da Costa Brasileira: Subsídios a um Gerenciamento Ambiental, 3, Serra Negra. **Anais...** São Paulo: ACIESP, v. 3, p.330-337, 1994a, *supl. 87*.

AMARAL, A. C. Z; MORGADO, E. H. Efeitos da poluição de origem doméstica sobre a macrofauna bêntica de praias do litoral paulista. *In*: Congresso de Ecologia do Brasil, 2, Londrina, **Resumos...** Londrina: UEL, p. 623, 1994b.

AMARAL, A. C. Z; MORGADO, E. H.; S. A. HENRIQUES; T. M. STEINER; E. P. OMENA; A. E. RIZZO; J. R. ABRAHÃO; P. R. NUCCI; E. V. PARDO; L. B. SALVADOR; M. O. REIS. Monitoramento de praias arenosas do Canal de

São Sebastião. *In*: Mini – Simpósio de Biologia Marinha, 10, São Sebastião. **Resumos...** São Sebastião: CEBIMar – USP, p. 3. 1995a.

AMARAL, A. C. Z; MORGADO, E. H.; LIMA, L. H.; E. P. OMENA; E. V. PARDO; M. O. REIS; L. B. SALVADOR; T. M. STEINER; M. R. DENADAI. Monitoramento de praias do Canal de São Sebastião (SP – Brasil) – Programa Amostral. *In*: Congresso Latinoamericano de Ciencias del Mar, 6, Mar del Plata, Argentina. **Resumos...** Mar del Plata, p. 21. 1995b.

APHA – American Public Health Association; AWWA – American Water Works Association; WEF – Water Environment Federation. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**, 24th ed. Washington, D.C.: APHA Press, 2023.

AUSTRALIA. Environment Protection Authority. **EPA Guidelines:** Regulatory monitoring and testing water and wastewater sampling. Adelaide, SA: EPA, 2007. Com assistência do Australian Water Quality Centre. ISBN 978-1-92921125-47-8. Disponível em: http://www.epa.sa.gov.au/xstd_files/ Water/ Guideline/guide_wws.pdf. Acesso em: 23 abr. 2023.

BARBOUR, M. T. **Rapid bioassessment protocols for use in wadeable streams and rivers:** periphyton, benthic macroinvertebrates and fish. US Environmental Protection Agency, Office of Water, 1999.

BELÚCIO, L. F.; MORGADO, E. H.; AMARAL, A. C. Z. Macrofauna bêntica de moluscos da região entremarés da Enseada de Caraguatuba, SP. *In*: Simpósio sobre Oceanografia, 1, 1989, São Paulo. **Resumos**... São Paulo: IOUSP, p. 94-95, 1989.

BELÚCIO, L. F.; MORGADO, E. H. Padrões de distribuição e abundância de moluscos na região entremarés do Araçá (São Sebastião, SP)**.** *In*: Mini – Simpósio de Biologia Marinha, 10., 1995, São Sebastião. **Resumos**... São Sebastião: CEBIMar-USP, p. 4, 1995.

BICUDO, C. E. M.; BICUDO, D. C. **Amostragem em Limnologia**. São Carlos: RiMa, 2004.

BICUDO, C. E. M.; BICUDO, D. C. **Amostragem em Limnologia**. São Carlos: RiMa, 2007.

BICUDO, C. E. M.; MENEZES, M. **Gêneros de algas de Águas Continentais do Brasil**. São Carlos: RIMa. 2005.

BICUDO, C. E. M.; MENEZES, M. **Gêneros de Algas de Águas Continentais do Brasil:** Chave para identificação e descrições. 3. ed. São Carlos: RiMa, 2017.

BIGGS, B. J. F.; KILROY, C. **Stream periphyton monitoring manual.** Nova Zelândia: NIWA, Christchurch, 2000.

BOLTOVSKOY, D. (ed.). **Atlas del zooplancton del Atlántico Sudoccidental y métodos de trabajo con el zooplancton marinho**. Mar del Plata: Publicación del INIDEP, 1981.

BONN AGREEMENT. Marine HNS **Response Manual. Multi-regional Bonn Agreement**, HELCOM, REMPEC, 2021. Disponível em: https://www.bonnagreement.org/site/assets/files/1081/bonn_agreement_counter_pollution_manual.pdf. Acesso em: 10 abr. 2023.

BRANCO, S. M. **Hidrobiologia Aplicada à Engenharia Ambiental**. São Paulo: CETESB, 1978.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **Resolução CONAMA Nº 274, de 29 de novembro de 2000**. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, n. 18, p. 170-171, 25 jan. 2001.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **Resolução CONAMA nº 357, de 17 de março de 2005.** Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, n. 53, p. 58-63, 18 mar. 2005.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Secretaria de Vigilância em Saúde. Departamento de Vigilância em Saúde Ambiental e Saúde do Trabalhador. **Cianobactérias/cianotoxinas:** procedimentos de coleta, preservação e análise. Brasília, 2015.

BURTON JR., G. A. (ed.). **Sediment Toxicity Assessment**. London: Lewis Publishers, Inc., 1992.

CALAZANS, D.; MUELBERT, J. H.; MUXAGATA, E. Organismos Planctônicos. *In*: CALAZANS, D. (org.). **Estudos Oceanográficos:** Do instrumental ao Prático**.** Pelotas: Editora Textos, 2011. Disponível em: https://cienciasdomarbrasil.furg.br/documentos/livros/22-documentos/59-link-estudos-oceanograficos-do-instrumental-ao-pratico. Acesso em: 02 maio 2023.

CANTWELL, H. (ed.) **Blanks in Method Validation – Supplement to Eurachem Guide the Fitness for Purpose of Analytical Methods**. 1. ed. 2019. Disponível em: https://www.eurachem.org. Acesso em: 12 maio 2023.

CARAMASCHI, U. **Manual de técnicas para preparação de coleções zoológicas.** Sociedade Brasileira de Zoologia, Campinas, SP, 1987. Disponível em: https://www.ib.unicamp.br/museu_zoologia/catalogos_guias. Acesso em: 12 maio 2023.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Guia de Coleta e Preservação de Amostras de Água.** São Paulo: CETESB, 1988.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Estudos preliminares para o uso de índices biológicos no biomonitoramento de ambientes aquáticos continentais – riachos e corredeiras na bacia do Rio Atibaia**. São Paulo: CETESB, 2002.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Atualização e aperfeiçoamento de metodologias analíticas. Diagnóstico Ecológico de um Trecho do Ribeirão dos Cristais**. São Paulo: CETESB, 2005.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Qualidade das águas subterrâneas no estado de São Paulo 2016-2018**. São Paulo: CETESB, 2019. Disponível em: https://cetesb.sp.gov.br/aguas-subterraneas/publicacoes-e--relatorios/. Acesso em: 10 maio 2023.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Qualidade das praias litorâneas no estado de São Paulo – 2020.** São Paulo: CETESB, 2021. Disponível em: https://cetesb.sp.gov.br/praias/wp-content/ uploads/sites/31/2022/10/Relatorio-Praias-Litoraneas-2021.pdf. Acesso em: 10 maio 2023.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Emergências Químicas.** São Paulo: CETESB, 2023. Disponível em: https://sistemasinter.cetesb.sp.gov.br/emergencia/est_atividade.php. Acesso em: 04 abr. 2023.

CHORUS, I.; WELKER, M. (eds.). **Toxic cyanobacteria in water: a guide to their public health consequences, Monitoring and Management.** 2nd ed. Boca Raton (FL): CRC Press, Boca Raton (FL), on behalf of the World Health Organization, Geneva, CH, 2021.

COOK, C. D. K. **Aquatic Plant Book**. The Hague: SBP Academic Publishing, 1996.

COUTINHO, R.; SZÉCHY, M. T. M.; LÓPEZ, M. S.; CHRISTOFOLETTI, R. A.; BERCHEZ, F.; YAGINUMA, L. E.; ROCHA, R. M.; SIVIERO, F. N.; GHILARDI-LOPES, N. P.; FERREIRA, C. E. L.; GONÇALVES, J. E. A.; MASI, B. P.; CORREIA, M. D.; SOVIERZOSKI, H. S.; SKINNER, L. F.; ZALMON, I. R. Monitoramento de longo prazo de costões rochosos. *In*: TURRA, A.; DENADAI, M. R. (orgs.). **Protocolos para o monitoramento de habitats bentônicos costeiros – Rede de Monitoramento de Habitat Bentônicos Costeiros – ReBentos [online].** São Paulo: Instituto Oceanográfico da Universidade de São Paulo, 2015. ISBN 978-85-98729-25-1.

DAVIES JR, P. M.; BUNN JR., S. E.; HAMILTON JR., S. K. Primary production in tropical streams and rivers. *In*: **Tropical stream ecology**, Academic Press, p. 23-42, 2008.

DE BERNARDI, R. Methods for the estimation of zooplankton abundance. *In*: DOWNING, J. A.; RIGLER, F. H. (eds.). **A manual on methods for the**

assessment of secondary productivity in fresh water. Blackwell Scientific Publication, IBP Hand Book 17, p. 59-86, 1984.

DELA-CRUZ, J.; PRITCHARD, T. I. M.; GORDON, G.; AJANI, P. The use of periphytic diatoms as a means of assessing impacts of point source inorganic nutrient pollution in southeastern Australia. **Freshwater biology**, v. 51, n. 5, p. 951-972, 2006.

DENICOLA, D.; KELLY, M. Role of periphyton in ecological assessment of lakes. **Freshwater Science**, v. 33, n. 2, p. 619-638, 2014.

DODDS, W. K. The role of periphyton in phosphorus retention in shallow freshwater aquatic systems. **Journal of Phycology**, v. 39, n. 5, p. 840-849, 2003.

DUNCK, B.; NOGUEIRA, I. D. S.; FELISBERTO, S. A. Distribution of periphytic algae in wetlands (Palm swamps, Cerrado), Brazil. **Brazilian Journal of Biology**, v. 73, p. 331-346, 2013.

EDWARDS, C. A. **Persistent pesticides in the environment**. CRC Press Inc. 2nd Edition, 1975.

FERNANDES, V. O.; ESTEVES, F. A. Comunidade Perifítica. *In*: ESTEVES, F. A. (coord.) **Fundamentos de Limnologia**. 3. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2011.

GAISER, E. E.; CHILDERS, D. L.; JONES, R. D.; RICHARDS, J. H.; SCINTO, L. J.; TREXLER, J. C. Periphyton responses to eutrophication in the Florida Everglades: Cross-system patterns of structural and compositional change. **Limnology and Oceanography**, v. 51, p. 617-630, 2006.

GANNON, J. E; GANNON, S. A. Observations on the narcotization of crustacean zooplankton. 31. **Crustaceana**, v. 28, p. 220-222, 1975.

HANEY, J. F.; HALL, D. J. Sugar-coated *Daphnia*: A preservation technique for Cladocera. **Limnol. Oceanogr.**, v. 18, p. 331-333, 1973.

HILL, B. H.; WEBSTER, J. R. Periphyton production in an Appalachian River. **Hydrobiologia**, v. 97, p. 275-280, 1982.

HILL, B. H.; HERLIHY, A. T.; KAUFMANN, P. R.; STEVENSON, R. J.; MCCORMICK, F. H.; JOHNSON, C. B. Use of periphyton assemblage data as an index of biotic integrity. **Journal of the North American Benthological Society**, v. 19, n. 1, p. 50-67, 2000.

HOEHNE, F. C. **Plantas aquáticas**. São Paulo: Instituto de Botânica, 1979.

HUBOLD, G. Considerações metodológicas sobre a coleta de plâncton realizada durante as Operações CONVERSUT I e II (1978 e 1979). **Anais Hidrográficos**, Rio de Janeiro, v. 36, p. 1-11, 1979.

HUSZAR, V. L. M.; GIANI, A. Amostragem da Comunidade Fitoplanctônica em Águas Continentais: Reconhecimento de padrões espaciais e temporais. *In*: BICUDO, C. E. M.; BICUDO, D. C. **Amostragem em Limnologia**. São Carlos: RiMa Ed., 2004. 351p.

INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. NIT-DICLA-057. **Critérios para acreditação da amostragem de águas e matrizes ambientais**. Rev. No 00. 2009.

INOUE, L. A. K. A.; MORAES, G. **Óleo de cravo:** um anestésico alternativo para o manejo de peixes. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2007.

IPIECA – International Petroleum Industry Environmental Conservation Association. **Oil spill monitoring and sampling. Good practice for incidente management and emergency response personnel.** International Association of Oil & Gas Producers, 2020. Disponível em: https://www.ospri.online/site/assets/files/1135/oil_spill_monitoring_and_sampling_2021-01-29_lr.pdf. Acesso em: 06 abr. 2023.

IRGANG, B. E.; GASTAL JÚNIOR, C. V. S. Problemas taxonômicos e distribuição geográfica de macrófitas aquáticas do sul do Brasil. *In*: THOMAZ S. M.; BINI L. M. **Ecologia e manejo de macrófitas aquáticas.** Maringá: EDUEM, cap. 7, p. 163-169, 2003.

ISO – International Organization For Standardization. **5667-1: Water quality – Sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques.** Genebra, Suíca, 1980.

ISO – International Organization For Standardization. **16240: Water quality – Determination of the genotoxicity of water and wastewater – *Salmonella*/microsome test (Ames test)**. Genebra, Suíça, 2005.

ITOPF – International Tanker Owners Pollution Federation. Sampling and monitoring of marine oil spills. **Technical Information Paper**, 2012. Disponível em: https://www.amn.pt/DCPM/Documents/TIP%2014%20Sampling%20and%20 Monitoring%20of%20Marine%20Oil%20Spills.pdf. Acesso em: 10 abr. 2023.

JARDIM, W. F. Medição e interpretação de valores do potencial redox (EH) em matrizes ambientais. **Quim. Nova**, v. 37, n. 7, p. 1233-1235, 2014.

KIKUCHI, R. M.; FONSECA-GESSNER, A. A.; SHIMIZU, G. Y. Suction sampler for collection of benthic macroinvertebrates in several continental aquatic environments: a comparative study with the Hess and Surber samplers. **Acta Limnol. Bras**., v. 18, n. 1, p. 29-37, 2006.

KLEMM, D. J.; LEWIS, P. A.; FULK, F.; LAZORCHAK, J. M. **Macroinvertebrate field and laboratory methods for evaluating the biological integrity of**

surface waters. EPA-600-4-90-030. Environmental Monitoring Systems Laboratory, US/EPA, Cincinnati, 1990.

KOHLER, K. E.; GILL, S. M. Coral Point Count with Excel extensions (CPCe): A Visual Basic program for the determination of coral and substrate coverage using random point count methodology. **Computers & Geosciences**, v. 32, p. 1259–1269, 2006.

KOUTSOUKOS, V. S. **Descrição da estrutura de comunidades bentônicas de ilhas da estação ecológica de Tamoios, baía da Ilha Grande, RJ.** 2012. 135 f. Dissertação (Mestrado em Biologia Marinha), Universidade Federal Fluminense, 2012. Disponível em: https://app.uff.br/riuff;/bitstream/handle/1/24582/V.S.%20KOUTSOUKOS.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 27 dez. 2023.

KUHLMANN, M. L.; IMBIMBO, H. R. V.; WATANABE, H. M. **Macrofauna bentônica de água doce:** Avanços metodológicos – III. São Paulo: CETESB, 2003.

LECOINTE, C.; COSTE, M.; PRYGIEL, J. *Omnidia*: software for taxonomy, calculation of diatom indices and inventories management. **Hydrobiologia**, v. 269, n. 1, p. 509-513, 1993.

LEITE, F. P. P.; FERREIRA, C. P. Composição, distribuição e densidade dos crustáceos do Araçá, São Sebastião (SP). *In*: Mini – Simpósio de Biologia Marinha, 7, São Sebastião, **Resumos**... São Sebastião: CEBIMar – USP, p. 27, 1988.

LEITE, F. P. P.; RAMOS, M. P.; SOTO-ESPINOZA, D. Aspectos da dinâmica populacional de *Kalliapseudes schubarti* Mané-Garzon, 1949 (Crustacea, Tanaidacea) do Araçá, São Sebastião, SP. *In*: Congresso Brasileiro de Zoologia, 19, Congresso Latino-Americano de Zoologia, 12, 1992, Belém. **Resumos**... Belém: UFPA, p. 40, 1992.

LOBO, E. A.; SCHUCH, M.; HEINRICH, C. G.; DA COSTA, A. B.; DÜPONT, A.; WETZEL, C. E.; ECTOR, L. Development of the Trophic Water Quality Index (TWQI) for subtropical temperate Brazilian lotic systems. **Environmental monitoring and Assessment**, v. 187, n. 6, p. 1-13, 2015.

LOCK, M. A.; WALLACE, R. R.; COSTERTON, J. W.; VENTULLO, R. M.; CHARLTON, S. E. River epilithon: toward a structural-functional model. **Oikos**, v. 42, n. 1, p. 10-22, 1984.

LOPES, C. F. **Monitoramento das populações de *Chthamalus* spp. (Crustacea – Cirripedia) de costões da área do Canal de São Sebastião – SP:** Instrumento para a avaliação dos efeitos biológicos provocados por um derrame de petróleo. 1997. 134 f. Dissertação (Mestrado em Zoologia) – Instituto de Biociências, Universidade de São Paulo, 1997.

LOPES, P. P.; AMARAL, A. C. Z.; MORGADO, E. H. Distribuição de anelídeos poliquetos da região entremarés da Enseada de Caraguatatuba, SP. *In*: Simpósio sobre Oceanografia, 1, 1989, São Paulo. **Resumos...** São Paulo: IOUSP, p. 100-101, 1989.

LOPES, P. P. **Estrutura da comunidade de poliquetos da zona entremarés da Região do Araçá, São Sebastião (SP).** 1993. 112 f. Dissertação (Mestrado Ciências Biológicas) – Instituto de Biologia, UNICAMP, 1993.

LOWE, R. L.; PAN, Y. Benthic algal communities as biological monitors. *In*: STEVENSON, R.J., BOTHWELL, M.L., LOWE, R.L. **Algal Ecology: freshwater benthic ecosystems.** Academic Press, USA., p.705-739, 1996.

MAURI, R.; BOUDOU, A.; RIBEYERE, F.; ENGRAND, P. Experimental study between artificially contamination (CH3HgCl) and macrophytes *Elodea densa*. **Aquat. Toxicol.**, v. 12, p. 213-228, 1988.

MCCORMICK, P. V.; STEVENSON, R. J. Periphyton as a tool for ecological assessment and management in the Florida Everglades. **Journal of Phycology**, v. 34, n. 5, p. 726-733, 1998.

MERRITT, R. W.; CUMMINS, K. W.; RESH, V. H.; BATZER, D. P. Sampling Aquatic Insects: collection devices, statistical considerations, and rearing procedures. *In*: MERRITT, R. W.; CUMMINS, K. W.; BERG, M. B. (eds.). **An introduction to the aquatic insects of North America.** 4rd ed. Kendall/ Hurt. Publ. Co., p. 15-37, 2008.

MEYER, F. P.; BARCLAY, L. A. **Field manual for the investigation of fish kills**. Washington, DC: National Technical Information Service (NTIS), 1990.

MILANELLI, J. C. C. **Biomonitoramento de costões rochosos. Instrumento para avaliação de impactos gerados por vazamentos de óleo na região do Canal de São Sebastião – São Paulo.** 2003. 315 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto Oceanográfico, Universidade de São Paulo, 2003.

MILANELLI, J. C. C. **Efeitos do petróleo e da limpeza por jateamento em um costão rochoso da Praia de Barequeçaba, São Sebastião, SP.** 1994. 99 f. Dissertação (Mestrado em Oceanografia Biológica) – Instituto Oceanográfico, Universidade de São Paulo, 1994.

MONTEIRO, A. M. G. **A macrofauna do infralitoral superior das praias de Santos e São Vicente**. 1980. 127 f. Dissertação (Mestrado em Oceanografia Biológica) – Instituto de Biociências, Universidade de São Paulo, 1980.

MORGADO, E. H.; AMARAL, A. C. Z.; NONATO, E. F.; SALVADOR, L. B. Intertidal sandy beaches polychaetes of São Sebastião Island, Southern Brazil. **Mém. Mus. Hist. Nat. Paris,** v. 162, p. 485-492, 1994.

MUDROCH, A.; MACKNIGHT, S. D. **Techniques for aquatic sediments sampling**. 2nd ed. London: Lewis Publishers, 1994.

MUELLER, D.K.; SCHERTZ, T.L.; MARTIN, J.D.; SANDSTROM, M.W. **Design, analysis, and interpretation of field quality-control data for water-sampling projects.** U.S. Geological Survey Techniques and Methods, book 4, chap. C4, 2015. http://dx.doi.org/10.3133/tm4C4.

NEGRÃO, P. A utilização de sistemas dedicados de baixa vazão para coleta de amostras de água subterrâneas aumenta a precisão da amostra, reduz os custos do monitoramento em até 50% e o volume de descarte 90%. **Clean News**, Clean. Environment Brasil, n. 4, 1997.

NEGRÃO, P. C. M.; KAMINSKI, D. Low-Flow/Low-Volume Purging and Sampling of Ground-Water Monitoring Wells – Performance and Application Criteria**. Anais do XXV IAH Congress of the International Association of Hydrogeologists**, Lisboa, 17-21 September 2007.

NOAA – National, Oceanic and Atmospheric Administration. **Guidelines for collecting high priority ephemeral data for oil spills in the Arctic in support of Natural Resource Damage Assessments**, 2014. Disponível em: https://response.restoration.noaa.gov/sites/default/files/NOAA-guidelines-ephemeral-data-collection_Arctic_December2014.pdf. Acesso em: 05 abr. 2023.

O'SULLIVAN, P. E.; REYNOLDS, C. S. (eds.). **The Lakes Handbook:** Limnology and limnetic ecology. Oxford: Blackwell Publ., 2004.

OLIVEIRA, A. T. R.; RIBEIRO DE SOUZA, R. C.; BEYRUTH, Z. Adaptações metodológicas para utilização de diatomáceas perifíticas no monitoramento de rios do Estado de São Paulo. *In*: Workshop Nacional Algas Bioindicadoras de Qualidade da Água. Santa Cruz do Sul, RS, 5 a 7 de outubro de 2003. **Resumos...**, p. 16, 2003.

OMORI, M.; IKEDA, T. **Methods in marine zooplankton ecology**. New York: John Wiley & Sons, 1984.

PARDO, E. V.; MORGADO, E. H. Grupos tróficos de poliquetos de praias arenosas da Ilha de São Sebastião (SP). *In*: Simpósio de Pós-Graduação e Pesquisa em Ciências Biológicas, 3., 1993, Atibaia. **Resumos**... Atibaia: UNESP, p. 146, 1993.

PARDO, E. V.; REIS, M. O.; SALVADOR, L. B.; MORGADO, E. H.; AMARAL, A. C. Z.; LIMA, L. H. Heterogeneidade ambiental e distribuição da macrofauna bêntica de praias da ilha de São Sebastião (SP). *In*: Congresso Brasileiro de Zoologia, 20, Rio de Janeiro. **Resumos**... Rio de Janeiro: UFRJ, 1994.

PINTO, K. C. **Avaliação sanitária das águas e areias de praias da Baixada Santista, SP**. 2010. 239 f. Dissertação (Mestrado em Saúde Pública) – Faculdade de Saúde Pública, Universidade de São Paulo, 2010.

PINTO-COELHO, R. M. Métodos de coleta, preservação, contagem e determinação de biomassa em zooplâncton de águas epicontinentais. *In*: BICUDO, C. E. DE M.; C. DE C. BICUDO (orgs.). **Amostragem em Limnologia**, p.149-167. São Carlos: RIMa, 2004.

POMPÊO, M. L. M.; MOSCHINI-CARLOS, V. **Macrófitas Aquáticas e Perifíton. Aspectos Ecológicos e Metodológicos.** São Paulo: RIMa/FAPESP, p. 63-124, 2003.

POTT, V. J.; POTT, A. Dinâmica da Vegetação Aquática do Pantanal. *In*: THOMAZ, S. M. & BINI, L. M. **Ecologia e manejo de macrófitas aquáticas.** Maringá: EDUEM, p. 163-169, 2003.

RAMSEY, M. H. Sampling as a source of measurement uncertainty: techniques for quantification and comparison with analytical sources. **Journal of Analytical Atomic Spectrometry**, v. 13, p. 97-104, 1998.

RAMSEY, M. H.; ELLISON, S. L. R; ROSTRON, P. (eds.). **Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches** (Eurachem/ EUROLAB, CITAC/ NordtesT/ AMC Guide). 2nd ed. Eurachem, 2019. Disponivel em: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/UfS_2019_EN_P2.pdf. Acesso em: 10 mai. 2023.

REID, J. W. Técnicas taxonômicas para copépodes. **Limnotemas,** n. 1. Sociedade Brasileira de Limnologia, 1999.

REIS, M. O.; MORGADO, E. H.; AMARAL, A. C. Z.; LIMA, L. H. Distribuição e variação temporal da macrofauna bêntica de poliquetos de praias da ilha de São Sebastião (SP). *In*: Mini – Simpósio De Biologia Marinha, 9, São Sebastião. **Resumos**... São Sebastião: CEBIMar – USP, p.28, 1994.

RIBEIRO DE SOUZA, R. C.; AGUJARO, L. F.; OLIVEIRA, A. T. R. A. **Perspectivas para o uso da comunidade perifítica em monitoramento de rios do Estado de São Paulo**. *In*: Congresso Brasileiro de Limnologia, Juiz de Fora, MG, 2003.

RIMET, F.; BOUCHEZ, A. Use of diatom life-forms and ecological guilds to assess pesticide contamination in rivers: lotic mesocosm approaches. **Ecological Indicators**, v. 11, n. 2, p. 489-499, 2011.

RODRIGUES, D. G.; ZANINI, M. E. B; HADEL, V. F.; TIAGO, C. G. Organismos da meiofauna de praia arenosa como indicadores de poluição. *In*: Mini-Simpósio de Biologia Marinha, 5, São Sebastião. **Resumos**... São Sebastião: CEBIMar – USP, p. 14, 1986.

RODRIGUES, L.; BICUDO, D. D. C. Similarity among periphyton algal communities in a lentic-lotic gradient of the upper Paraná river floodplain, Brazil. **Brazilian Journal of Botany**, v. 24, p. 235-248, 2001.

RODRIGUES, L.; BICUDO, D. C.; MOSCHINI-CARLOS, V. **O papel do perifíton em áreas alagáveis e nos diagnósticos ambientais**. Ecologia e manejo de macrófitas aquáticas. Maringá: Eduem, p. 211-230, 2003.

ROSA FILHO, J. S.; CORTE, G. N.; FABRICIO MARIA, T.; COLLING, L. A.; DENADAI, M. R.; ROSA, L. C.; BORZONE, C. A.; ALMEIDA, T. C. M.; ZALMON, I. R.; OMENA, E.; VELOSO, V.; AMARAL, A. C. Z. Monitoramento de longo prazo da macrofauna bentônica entremarés de praias arenosas. *In*: TURRA, A.; DENADAI, MR. (orgs.). **Protocolos para o monitoramento de habitats bentônicos costeiros – Rede de Monitoramento de Habitat Bentônicos Costeiros – ReBentos [online]**. São Paulo: Instituto Oceanográfico da Universidade de São Paulo, p. 194-208, 2015. ISBN 978-85-98729-25-1.

SALOMONS, W.; STIGLIANI, W. M. (eds.). **Biogeodynamics of Pollutants in Soils and Sediments: Risk Assessment of Delayed and Non-Linear Responses**. Heidelberg: Springer-Verlag, 2015.

SALVADOR, L. B.; AMARAL, A. C. Z.; MORGADO, E. H. Zonação da malacofauna em praias da ilha de São Sebastião (SP- Brasil). *In*: Congreso Latinoamericano de Ciencias Del Mar, 6, Mar del Plata. **Resumos**... Mar del Plata. Argentina, p. 176, 1995.

SANTOS, I.; FILL, H. D.; SUGAI, M. R. V. B.; BUBA, H.; KISHI, R. T.; MARONE, E.; LAUTERT, L. F. **Hidrometria aplicada**. Curitiba: Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento, 2001.

SCHWARZBOLD, A.; BURLIGA, A. L.; TORGAN, L. C. **Ecologia do Perifíton**. Editora Rima, 2013.

SEIDEL, K. Purification of water by means of higher plants. **Naturwissenschaften**, v. 53, p. 289-297, 1966.

SHIMIZU, R. M. **A comunidade de macroinvertebrados da região entre marés da Praia de Barequeçaba, São Sebastião, SP**. 1991. 72 f. Dissertação (Mestrado em Ecologia) – Instituto de Biociências, USP, 1991.

SHIMIZU, R. M. Macrofauna na Praia de Barequeçaba, São Sebastião, SP. *In*: Reunião Anual da S.B.P.C., 44, 1992, São Paulo. **Resumos**... **Ciência e Cultura**, v. 44, p. 825, 1992, supl.

SHIMIZU, R. M. Influência de um derramamento de óleo sobre a população de *Scolelepis squamata* (Muller) da Praia de Barequeçaba, São Sebastião, SP (Polychaeta: Spionidae). *In*: Congresso Brasileiro de Ecologia, 2, Londrina. **Resumos**... Londrina, UEL, p. 395, 1994.

SLÁDECKOVÁ, A. Limnological Investigation Methods for the Periphyton (Aufwuchs) Community. **Bot. Rev.**, v. 28, n. 2, p. 286-350, 1962.

STRUB, M. P.; LEPOT, B.; MORIN, A. Metrological aspects of collaborative field trials, including coping with unexpected events. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 28, n. 2, p. 246-261, 2009.

THOMPSON, M. What is uncertainty from sampling, and why is it important? **AMC Technical Briefs:** background paper, Cambridge, UK, AMCTB n. 16A, July 2008. Files Sampling. ISSN 1757-5958.

THOMPSON, M. The importance, for regulation, of uncertainty from sampling. **Technical Briefs of the Analytical Method Committee**, AMCTB 42, Royal Society of Chemistry, 2009.

TRYGONIS, V.; SINI, M. photoQuad: a dedicated seabed image processing software, and a comparative error analysis of four photoquadrat methods. **Journal of Experimental Marine Biology and Ecology**, v. 424-425, p. 99-108, 2012. doi:10.1016/j.jembe.2012.04.018.

UNESCO – United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization. Zooplankton sampling. *In*: Tranter, D. J. (coord.). **Monographs of Oceanographic Methodology 2.** Paris: UNESCO, 1968.

USEPA – U.S. Environmental Protection Agency. **Guidance for Assessing Chemical Contaminant Data for Use in Fish. Data for Use in Fish Advisories Volume 1: Fish Sampling and Analysis.** EPA 823-B-00-007. Office of Water (4305), Third Edition, November 2000.

USEPA – U.S. Environmental Protection Agency. **Quality control tools factsheet for blanks:** region III. Rev. 1. Washington, DC: EPA, 2009. Disponível em: https://19january2017snapshot.epa.gov/quality/quality-control-tools-fact-sheet-blanks_.html. Acesso em: 12 maio 2023.

USEPA – U.S. Environmental Protection Agency. **Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act; Analysis and Sampling Procedures; Final Rule.** Federal Register 77, n° 97, p. 29807, 2012.

USEPA – U.S. Environmental Protection Agency. **Test methods for evaluating solid waste. Physical/Chemical Methods (SW 846) – 4 – Organic analytes**, 2018.

VADEBONCOEUR, Y.; LODGE, D. M.; CARPENTER, S. R. Whole lake fertilization effects on distribution of primary production between benthic and pelagic habitats. **Ecology**, v. 82, n. 4, p. 1065-1077, 2001.

VADEBONCOEUR, Y.; KALFF, J.; CHRISTOFFERSEN, K.; JEPPESEN, E. Substratum as a driver of variation in periphyton chlorophyll and productivity in lakes. **Journal of the North American Benthological Society**, v. 25, n. 2, p. 379-392, 2006.

VIM. Vocabulário Internacional de Metrologia. **Conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM 2012)**. Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2012.

VIS, C. **L'Influence de la qualité physico-chimique des eaux de Saint-Laurent sur le périphyton**. M.Sc. Thesis, Univ. de Montréal, Canadá, 1997.

WEI, Y.; JIAO, Y.; AN, D.; LI, D.; LI, W.; WEI, Q. Review of dissolved oxygen detection technology: From laboratory analysis to online intelligent detection. **Sensors**, v. 19, n. 18, p. 3995, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.3390/s19183995. Acesso em: 02 maio 2023.

WETZEL, R. G. (ed.) Periphyton of Freshwater Ecosystems. The Hague: Dr. W. Junk. **Developments of Hidrobiology**, v. 17, 1983.

WETZEL, R. G. **Limnology**. New York: Academic Press, 2001.

WHO – World Health Organization. **Guidelines for Drinking Water Quality.** First Addendum to Third Edition. Volume 1. Recommendations. 2006. Disponível em: www.who.it. Acesso em: 28 dez. 2021.

WHO – World Health Organization. **Guidelines for Drinking Water Quality.** Fourth edition incorporating the first and second addenda. Geneva: World Health Organization, 2022.

WOLFBEIS, O. S. Luminescent sensing and imaging of oxygen: Fierce competition to the Clark electrode. **Bioassays**, v. 37, p. 921-928, 2015.

WU, Y.; XIA, L.; YU, Z.; SHABBIR, S.; KERR, P. G. In situ bioremediation of surface waters by periphytons**. Bioresource technology**, v. 151, p. 367-372, 2014.

GLOSSÁRIO

ADSORÇÃO – Aderência de moléculas sobre uma superfície ou de partículas sólidas por meios físicos, sem comportar interação química.

ÁGUA BRUTA – Água que não passou por nenhum tipo de tratamento simplificado ou convencional (*in natura*), proveniente de rio, represa, lago, poço freático, nascente, estuário, mar, etc.

ÁGUA REAGENTE – Água isenta dos analitos de interesse.

ÁGUA INDUSTRIAL – Água utilizada exclusivamente em processamento industrial, como matéria-prima ou parte do sistema de produção.

ÁGUA PLUVIAL – Água proveniente da precipitação atmosférica. O mesmo que água meteórica e água de chuva.

ÁGUA RESIDUÁRIA – Despejo ou resíduo líquido proveniente de atividades domésticas (efluentes domésticos), industriais (efluentes industriais), comerciais, agrícolas e outras, bem como a de sistemas de tratamento de disposição de resíduos sólidos.

ÁGUA SUBTERRÂNEA – Água de subsolo que ocupa a zona saturada; num sentido geral, toda a água situada abaixo da superfície do solo.

ÁGUA TRATADA – Água destinada ao consumo humano, submetida a algum tipo de tratamento convencional (ETA – Estação de Tratamento de Água) ou simplificado (filtração, cloração, fluoretação, etc.).

ALÓCTONE – O que não é originário da região.

AMBIENTAÇÃO DE EQUIPAMENTO – Rinsagem de um equipamento de coleta com água do local de coleta.

AMOSTRA – Uma ou mais porções, com volume ou massa definida, coletadas em corpos receptores, efluentes industriais, rede de abasteci-

mento público, estações de tratamento de água e esgotos, rios, represas e outros, com o fim de inferir as características físicas, químicas, físico-químicas e biológicas do ambiente de onde foi retirada.

AMOSTRA SIMPLES/PONTUAL – proveniente de tomada(s) de amostra de um local específico em um curto espaço de tempo.

AMOSTRA COMPOSTA – Amostra que pode ser obtida a partir de: (a) amostragens em função de tempo (temporal); (b) amostragens em função da vazão; (c) amostragens em função da profundidade do local a ser amostrado; (d) amostragens em função da margem ou distância entre um ponto de amostragem e outro (espacial). Quando o objetivo de um programa é avaliar concentrações médias de uma dada variável pode-se, em alguns casos, reduzir o número das amostras necessárias ao ensaio, pela obtenção de amostra composta, formada pela mistura de porções individuais apropriadas (amostras simples). Após a mistura das diferentes porções tem-se como produto final uma única amostra (amostra composta).

AMOSTRAGEM – Atividade que consiste em retirar uma fração representativa (amostra) de uma região (água, solo, efluentes, entre outros) para fins de ensaio.

AMOSTRAGEM EM REPLICATA – Procedimento no qual duas ou mais amostras são tomadas no mesmo ponto, de modo independente.

AMOSTRAGEM PROPORCIONAL À VAZÃO – Técnica destinada à obtenção de uma amostra composta, na qual a frequência da coleta ou o volume da amostra é diretamente proporcional à vazão da água ou do efluente.

AQUÍFERO – Toda formação geológica capaz de armazenar e transmitir água em quantidades apreciáveis.

ATERRO SANITÁRIO – Método de disposição final de resíduos sólidos (lixo) no solo, sem causar danos ao ambiente ou à saúde pública.

AUTÓCTONE – O que é originado no próprio local onde ocorre.

BALANÇO HÍDRICO DE UNIDADE INDUSTRIAL – Relação entre as entradas e saídas de água e efluentes de cada unidade de processo industrial, indicando as fontes de abastecimento, usos internos, perdas por evaporação ou incorporação ao processo produtivo, lavagens de pisos e equipamentos, e efluentes gerados por qualquer fonte industrial ou doméstica.

BIOMASSA – Somatório da massa orgânica viva existente num determinado espaço, num dado instante. Pode ser expressa em peso úmido ou seco, por unidade de área ou volume.

BIOTA – Conjunto de vegetais, animais e microrganismos de uma determinada região, província ou área geográfica.

CARGA POLUIDORA – Quantidade de poluente transportado ou lançado em um corpo receptor.

COLETA DE ÁGUA DE SUPERFÍCIE – Coleta de amostra entre 0 e 30cm da lâmina d'água. Pode ser coletada com o auxílio de um balde de aço inox, batiscafo e garrafas, ou diretamente do corpo d'água.

COLETA DE ÁGUA EM PROFUNDIDADE – Coleta de amostra em profundidade superior a 30cm da lâmina d'água, normalmente até 1m acima do fundo. Esta amostra deve ser coletada obrigatoriamente com o auxílio de equipamento, como por exemplo Garrafas de van Dorn.

DEPOSICIONAL – Zona de baixa dinâmica em ambientes de água corrente, onde se deposita e acumula material não consolidado.

DRAGAGEM – Remoção de material sólido do fundo de um ambiente aquático.

EFLUENTE INDUSTRIAL – Resíduo líquido proveniente de processos industriais. Em geral, contém poluentes de diversas formas, como por exemplo, de natureza química, que podem apresentar perigo à saúde humana, prejuízos à fauna e a flora, comprometimento do lazer, e outros. O mesmo que resíduo líquido industrial, despejo industrial e esgoto industrial.

ESCOAMENTO SUPERFICIAL – Parte da precipitação que escoa em direção a um curso d'água pela superfície do solo.

ESGOTO DOMÉSTICO – Resíduo líquido doméstico, decorrente do uso da água em cozinha, sanitário, chuveiro, lavatório e lavanderia doméstica. O mesmo que resíduo líquido doméstico e despejo doméstico.

ESGOTO MISTO – Mistura de resíduos líquidos domésticos com resíduo líquido proveniente de processos industriais, ou de lavagem de pisos e equipamentos pertencentes à área industrial.

ESPÉCIE-CHAVE – Aquela que controla a estrutura da comunidade.

ETA – Estação de Tratamento de Água.

EUTROFIZAÇÃO – Processo de enriquecimento por nutrientes, principalmente nitrogênio e fósforo, que tem como consequência o aumento da biomassa vegetal (fitoplâncton e plantas aquáticas). A eutrofização das águas continentais pode ser um processo natural, porém, o descarte de efluentes domésticos e/ou industriais e lavagem de solos agrícolas contendo muitos nutrientes (matéria orgânica) acelera o processo, causando a chamada eutrofização artificial ou antrópica. Ambientes enriquecidos são denominados ambientes eutróficos.

EXATIDÃO – Grau de concordância entre um valor medido e um valor verdadeiro (referência) de um mensurando.

FLORAÇÃO – Multiplicação excessiva, geralmente de curta duração, de uma ou algumas espécies fitoplanctônicas, frequentemente produzindo coloração visível nos corpos d'água.

FLUXOGRAMA – Diagrama demonstrativo dos estágios de um processo e suas interrelações.

FRASCO DOSADOR – Pisseta de polietileno com ponteira dosadora utilizada para armazenar e dosar soluções preservantes adicionadas às amostras durante as coletas em campo.

GASPILHÃO – Escova com cerdas e ponta pincel, própria para limpeza de vidraria; o mesmo que escova "rabo de gato".

GRANULOMETRIA – Proporções relativas entre partículas de diferentes dimensões que entram na composição de solos, sedimentos e agregados.

HABITAT – Ambiente onde um organismo normalmente vive e que oferece um conjunto de condições (bióticas e abióticas) adequadas à sua sobrevivência.

JUSANTE – A partir de um ponto de referência, direção para onde vão as águas, em um curso d'água. Por exemplo, local do rio, posterior ao lançamento do efluente, levando-se em consideração a direção para onde correm as águas (rio abaixo).

LÊNTICO – Ambiente aquático em que o fluxo da massa de água é lento, como em tanques, lagos ou reservatórios.

LITORAL (zona) – Pelo sistema limnológico, região de um lago que se estende da linha litorânea até o limite superior de ação de ondas.

LÓTICO – Ambiente aquático em que a massa d'água tem movimento rápido, como em rios e corredeiras.

MATERIAL BIOLÓGICO – Materiais ou líquidos de origem biológica, como peixes (inteiros ou suas partes), moluscos, sangue, urina, plantas, invertebrados, ossos e alimentos.

MATERIAL ORGÂNICO GROSSEIRO – Fração orgânica visível, incluindo pedaços de madeira, folhas, fibras vegetais, restos de animais, etc.

MENISCO – Superfície curva de um líquido contido em um tubo estreito.

MITIGAÇÃO – Atenuação de um impacto.

MONTANTE – Posição relativa de um lugar acima de outro. Num curso de água, com relação à corrente fluvial, a "montante" significa rio acima; por exemplo, um local do rio anterior ao lançamento do efluente, levando-se em consideração a direção para onde correm as águas.

PECILOTÉRMICOS – Organismos que não têm mecanismos internos que regulem a temperatura do seu corpo.

PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS – Adoção de medidas desde o momento da coleta e transporte até seu armazenamento, com o intuito de diminuir a reatividade ou inibir a atividade dos organismos, mantendo o máximo possível das características da amostra no momento da coleta. As formas de preservação de amostras são a refrigeração, congelamento e adição de produtos químicos quando aplicável.

PRESERVAÇÃO QUÍMICA – A adição de solução ou produto químico com o objetivo de minimizar a reatividade dos compostos químicos e complexos, reduzir a volatilidade ou precipitação dos constituintes e os efeitos da adsorção ou preservar organismos, evitando ou minimizando alterações morfológicas ou fisiológicas.

PROFUNDAL (zona) – Área do fundo de um corpo hídrico (lago, reservatório). Pelo sistema limnológico, região de um lago que se estende do limite inferior da termoclina até sua maior profundidade.

SEDIMENTO – Material originado da decomposição de qualquer tipo de rocha, material de origem biológica em decomposição ou resíduos provenientes da ação humana que são transportados e depositados no fundo dos corpos d'água.

SIZÍGIA (maré) – Maré de grande amplitude que ocorre quando o sol e a lua estão em sizígia, isto é, quando a atração gravitacional do sol e da lua se somam. Ocorre por ocasião da lua cheia e da lua nova.

STAR (Sistema de Tratamento de Águas Residuárias) – Conjunto de estruturas, dispositivos, instalações, equipamentos e aparelhos diversos, de maior ou menor complexidade, utilizados para o tratamento e disposição de águas residuárias e do lodo resultante deste tratamento. Semelhante à ETE (Estações de Tratamento de Esgotos).

SUBLITORAL (zona) – Região que tem como limite superior o nível alcançado pela baixa-mar normal e como limite inferior aquele compatível com a vida das fanerógamas marinhas e das algas fotófilas;

pelo sistema limnológico, região de um lago que se estende do limite inferior da ação de ondas ao limite superior da termoclina; região de fundo de um lago permanentemente coberta por vegetação.

SUBSTRATO – Aquilo que serve para fixação para organismos (planta ou animal). Ex.: o substrato de uma alga epífita pode ser outra alga.;

TERMOCLINA – Camada intermediária de um lago estratificado, em que se verifica uma brusca diferença de temperatura.

TRIPLICATA DE AMOSTRA – Três amostras coletadas de modo sequencial e independente, em um curto período de tempo ou espaço, visando uma melhor representatividade do local amostrado.

VAZÃO – Volume de fluido que passa em uma seção transversal de um escoamento, por unidade de tempo.

XENOBIÓTICO – Composto químico não pertencente a um organismo ou sistema biológico.

ZONA FÓTICA (EUFÓTICA) – Porção superior iluminada da massa d'água, com luz suficiente para promover a fotossíntese pelos vegetais e microrganismos aquáticos.

ZONAÇÃO – Distribuição dos organismos em áreas, camadas ou zonas distintas.

APÊNDICES

APÊNDICE A – PROCEDIMENTOS PARA O ARMAZENAMENTO E PRESERVAÇÃO DE AMOSTRAS POR ENSAIO

A seguir, encontram-se listadas as recomendações e orientações de como realizar o acondicionamento, preservação e armazenamento das amostras por ensaio e demais cuidados que devem ser tomados por ocasião da coleta.

Importante!

Apesar das informações contidas neste Apêndice, é fundamental a consulta ao laboratório responsável pelos ensaios. Sempre que houver divergência entre as orientações descritas neste Guia e as contidas nos métodos de ensaios, prevalece os requisitos específicos dos métodos.

As tabelas contêm os seguintes detalhes:

- Ensaio;
- A classe da amostra (A - amostra de água tratada; B - amostra de água bruta; C - amostra de água residuária; D - amostras de solo, sedimento, lodo, material sólido de dragagem, resíduo sólido e semissólido em geral; E - amostra de material biológico);
- O tipo do recipiente que deve ser utilizado para conter a amostra coletada;

- A quantidade de amostra (o volume ou massa tipicamente suficiente para a realização do ensaio);
- A preservação e os cuidados necessários para garantir a estabilidade dos constituintes da amostra;
- O armazenamento (o procedimento que deve ser seguido para garantir a validade até o momento do ensaio);
- O prazo de validade da amostra (o tempo máximo de estocagem permitido para a realização do ensaio a partir do momento da coleta).

Os ensaios que utilizam o mesmo tipo de frasco de armazenamento e o mesmo tipo de preservação podem ser encaminhados para o laboratório de análise em um único recipiente e, neste Apêndice, estão agrupados nas mesmas linhas das tabelas a seguir. Por exemplo, os ensaios dos ânions cloreto, fluoreto, nitrato, nitrito e sulfato.

É importante destacar a necessidade de manter-se atualizado sobre os procedimentos para coleta dos diferentes ensaios, consultando periodicamente a bibliografia recente e os responsáveis técnicos dos laboratórios. Informações adicionais sobre armazenamento e preservação de amostras podem ser obtidas no *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA; AWWA; WEF), e em publicações da *U. S. Environmental Protection Agency* (USEPA), entre outros.

De uma forma geral, os prazos de validade estabelecidos para as análises físico-químicas nas tabelas a seguir são os prazos mais restritivos contidos nas principais referências metodológicas para análises de amostras ambientais.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Acidez	A, B	P, VB	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	24 horas
Alcalinidade	A, B	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	24 horas
Cianeto total e Cianeto livre	A, B, C	P, V	250 mL	NaOH 10M até pH>12 Resfriamento (em gelo) Manter ao abrigo da luz	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	24 horas
Cianeto	D	PP (500 mL)	250 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Cloreto, Fluoreto, Nitrato, Nitrito, Orto-fosfato, Sulfato	A, B, C	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	Cloreto, Fluoreto e Sulfato: 28 dias Nitrato, Nitrito e Orto-fosfato: 48 horas
Cloro residual total e livre (em campo)	A	-	-	-	-	Ensaio imediato
Condutividade	A, B, C	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	28 dias
Condutividade (em campo)	A, B, C	-	-	-	-	Ensaio imediato
Cor, Turbidez	A, B	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	48 horas

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Cromo hexavalente	A, B, C	P LE, V LE	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	24 horas
E_H (em campo)	B, C, D	-	-	-	-	Ensaio imediato
Granulometria	D	PP (700 mL)	700 g (aproximadamente)	Não requerida	Manter ao abrigo da luz Temperatura ambiente	6 meses
Metais (exceto cromo hexavalente), Semimetais, Dureza e Fósforo	A, B, C	P LE, V LE	250 mL	Adicionar HNO_3 1+1 até pH<2 Resfriamento (em gelo)(5) **(6) (7)**	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	Metais, Arsênio, Selênio, Antimônio e Dureza: 6 meses Boro e Mercúrio: 28 dias Fósforo total: 28 dias
Metais e semimetais	D	PP LE (500 mL)	250 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 meses
Metais dissolvidos Fósforo dissolvido	A, B, C	P LE, V LE	100 mL	Resfriamento (em gelo) **(3 (5)) (6) (7)**	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 meses
Oxigênio dissolvido (Método de Winkler)	A, B, C	VDBO	300 mL	1mL de sulfato manganoso + 1mL de azida sódica Sem resfriamento	Não requerido	8 horas
Oxigênio dissolvido (em campo)	A, B, C	-	-	-	-	Ensaio imediato
Metilmercúrio	A, B, C	V *Vial*	40 mL	0,2 mL HCl concentrado Refriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 meses

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Metilmercúrio	D	PP (500 mL)	250 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 meses
Nitrogênio amoniacal, Nitrogênio orgânico, Nitrogênio Kjeldahl	A, B, C	P, V	250 mL	H_2SO_4 1+1 até pH < 2 Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Nitrogênio total	A, B, C	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	48 horas
Fósforo total Nitrogênio total	D	PP (500 mL)	250 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	28 dias
Odor	A, B	VDBO	300 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 horas 24 horas **(8)**
pH (em campo)	A, B, C, D	-	-	-	-	Ensaio em até 15 minutos
Salinidade	A, B, C	VDBO	300 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 meses
Salinidade (em campo)	B	-	-	-	-	Ensaio imediato
Sólidos totais, Sólidos fixos, Sólidos voláteis	A, B, C	P, V	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Sólidos totais, Sólidos fixos, Sólidos voláteis, Umidade	D	PP (500 mL)	250 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Sólidos sedimentáveis	A, B, C	P, V	1,5 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	48 horas
Sulfeto	A, B, C	VDBO	300 mL	Resfriamento (em gelo) **(4)**	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Turbidez (em campo)	A, B, C	-	-	-	-	Ensaio imediato

Tabela A.1. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios físico-químicos inorgânicos - Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipientes: **V** = Frasco de vidro neutro; **VDBO** = Frasco do tipo DBO (300mL), com tampa esmerilhada; **LE** = Limpeza especial (ver Capítulo 3); **P** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte); **PP** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte) do tipo pote; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Filtrar em campo em membrana 0,45mm e adicionar HNO_3 (1+1) até pH<2; **(4)** Adicionar 4 gotas de solução 2N de acetato de zinco/100mL da amostra, aguardar 15 minutos e adicionar NaOH até pH entre 9 e 10; **(5)** Fósforo tota/dissolvido por colorimetria, preservar com H_2SO_4 1+1 até pH < 2 /Resfriamento (em gelo); **(6)** Ensaios por ICP-OES; **(7)** Ensaios por ICP-MS, coletar amostra em dois tubos cônicos de 15 mL e preservar com HNO_3 ultrapuro até pH <2 e refrigerar (gelo); **(8)** Prazo máximo regulatório segundo APHA, AWWA, WEF, 24ª ed., 2023.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Agrotóxicos fenóxiácidos clorados (2,4-D)	A	VA LE **(5)**	1 L	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Agrotóxicos fenóxiácidos clorados (2,4-D; 2,4,5-T; 2,4,5-TP)	B, C	VA LE **(5)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Agrotóxicos organoclorados / PCB (Bifenilas policloradas)	A	VA LE **(5)**	1 L	$Na_2S_2O_3$ (9) Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Agrotóxicos organoclorados / PCB	B, C	VA LE **(5)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Agrotóxicos organoclorados / PCB	D	PVA **(5)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
Agrotóxicos organofosforados	A	VA LE **(5)**	1 L	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Agrotóxicos organofosforados	B, C	VA LE **(5)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Carbono orgânico total (COT) / Carbono orgânico dissolvido (COD) (10)	A, B, C	VA	100 mL	HCl, H_3PO_4 ou H_2SO_4 1+1 até pH≤2 Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias 28 dias **(6)**

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
COT	D	PVA **(3)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias 28 dias **(6)**
Compostos orgânicos voláteis (COV) aromáticos (BTEXE)	A	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	$Na_2S_2O_3$ (9) Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV aromáticos (BTEXE)	B, C	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV aromáticos (BTEXE)	D	PVA **(3) (4)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV halogenados (SH)	A	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV halogenados (SH)	B, C	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV halogenados (SH)	D	PVA **(3)** (100 mL) **(4)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV varredura	A	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
COV varredura	B, C	V *Vial* LE **(4)**	40 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
COV varredura	D	PVA **(3)** (100 mL) **(4)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
DBO (demanda bioquímica de oxigênio)	A, B, C	P, V	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	6 horas 48 horas **(6)**
DQO (demanda química de oxigênio)	A, B, C	P, V	100 mL	H_2SO_4 1+1 até pH≤2 Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias 28 dias **(6)**
Dioxinas e furanos/ dl-PCB	D	PVA	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento Congelamento ≤ -10 °C	30 dias 1 ano
Fenóis por cromatografia (Pentaclorofenol / 2,4,6-Triclorofenol)	A	VA LE **(5)**	1L	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Fenóis por cromatografia (Pentaclorofenol / 2,4,6-Triclorofenol)	B, C	VA LE **(5)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Fenóis por cromatografia (Pentaclorofenol / 2,4,6-Triclorofenol)	D	PVA **(5)** (100 mL)	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
Fenóis totais (índice de fenóis)	A, B, C	VA BE	500 mL	H_2SO_4 1+1 até pH≤2 Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	21 dias **(6) (7)**

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Fenóis totais (índice de fenóis)	D	PVA	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	28 dias
Óleos e Graxas totais	A, B, C	VA BL **(3)**	1L	HCl 1+1 até pH≤2 Resfriamento (em gelo)	R Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	28 dias
Óleos e Graxas totais	D	PVA	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	28 dias
HAP (Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos) / Benzo(a) Pireno	A	VA LE **(5)**	1 L	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
HAP / Benzo(a) Pireno	B, C	VA LE **(5)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
HAP / Benzo(a) Pireno	D	PVA **(5)**	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
PBDE/PBB	A, B, C	VA LE	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	1 ano
PBDE/PBB	D	PVA	100 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	1 ano

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
PFAS	A, B, C	HDPE (ou PEAD)	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento Congelamento ≤ -20 °C	28 dias 90 dias
Surfactantes aniônicos (MBAS)	A, B	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	48 horas
THMFP (potencial de formação de THM)	B	VA BE	3 frascos de 1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	**(7)**
Trihalometanos (THM)	A	V *Vial* LE **(4)**	40 mL **(8)**	$Na_2S_2O_3$ **(9)** Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias
Trihalometanos (THM)	B	V *Vial* LE **(4)**	40 mL **(8)**	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	14 dias

Tabela A.2. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de compostos químicos orgânicos - Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipientes: VDBO = Frasco do tipo DBO (300mL), com tampa esmerilhada; **BE** = Boca estreita; **BL** = Boca larga; **LE** = Limpeza especial (ver Capítulo 3); **P** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte); **HDPE (ou PEAD)**: frasco de polietileno de alta densidade; **PVA** = Frasco de vidro âmbar do tipo pote; **THM** = Lavagem especial para uso em análise de THMFP (potencial de formação de THM); **Va** = Frasco de vidro de cor âmbar; **V *Vial*** = Frasco de vidro de cor âmbar, de borossilicato, com capacidade de 40mL (tipo *Vial*), com tampa rosqueável com septo de teflon**; (2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Com tampa de rosca com septo de teflon; **(4)** Os frascos devem estar totalmente preenchidos com a amostra, de maneira a evitar a presença de ar; **(5)** Com tampa de rosca com septo de teflon ou folha de alumínio entre o frasco e a tampa; **(6)** Prazo máximo regulatório segundo APHA; AWWA; WEF, 24ª ed., 2023; **(7)** Analisar o mais breve possível; **(8)** Coletar 2 (dois) frascos; **(9)** 50mg de $Na_2S_2O_3$ para 1L de amostra e 3mg em 60mL para análises de THMFP; **(10)** Para COD, filtrar em campo utilizando filtro de 0,45 µm antes de preservar ou enviar para o laboratório sem preservação para realização do ensaio em até 48 horas.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação (2)	Armazenamento	Prazo de Validade (3)
Cianobactérias (amostra viva)	B	VA	1L	Resfriamento (em gelo) e evitar o congelamento **(5)** e proteger da luz	Refrigeração entre 2°C e 8°C **(8)** e manter ao abrigo da luz	24 horas
Cianobactérias (qualitativa)	B	VA	1 L	Formol, lugol	Formol – em temperatura ambiente e local ventilado (se possível) Lugol – manter ao abrigo da luz	Formol – 5 anos Lugol – 1 ano **(7)**
Cianobactérias (quantitativa)	B	VA	1 L	Lugol (ideal), formol	Formol – em temperatura ambiente e local ventilado (se possível) Lugol – manter ao abrigo da luz	Formol – 5 anos Lugol – 1 ano **(7)**
Microcistinas, Saxitoxina e Cilindrospermopsina (ELISA) (4)	A, B	VA	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	24 horas **(5)**
Cianotoxinas (LC-MS/MS) (6)	A, B	VA (boca larga)	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	48 horas

Tabela A.3. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de cianobactérias e cianotoxina.

Legenda: (1) Recipiente: VA = Frasco de vidro de cor âmbar; **(2)** A preservação química necessária é adicionada no recipiente no momento de sua preparação (ver capítulo 3); **(3)** A partir do momento da coleta das amostras; **(4)** *Enzyme Linked Immuno Assay*; **(5)** A amostra pode ser mantida a -20°C por tempo não definido na literatura. No entanto, o congelamento resulta na determinação total da(s) cianotoxina(s) analisada(s), pois acarreta a ruptura das células. Se o objetivo for verificar a quantidade de cianotoxinas livres na amostra, o congelamento não é permitido; **(6)** Cromatografia líquida de alta eficiência acoplada a espectrometria de massas; **(7)** No caso do lugol é necessária a reposição do preservante se for manter a amostra guardada por um tempo superior a 1 ano; **(8)** Evitar o contato do frasco com o gelo, pois algumas cianobactérias são danificadas em temperaturas baixas como, por exemplo, as do gênero *Raphidiopsis*.

Tipo de Ensaio/ Organismo-teste	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento (4)	Prazo de Validade (2)
Toxicidade aguda ***Daphnia similis***	B, C	P VA **(6)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Resfriamento (em gelo) Refrigeração < 10 °C, sem congelamento Congelamento < -10 °C até 36 horas após a coleta (Classe C) **(5)** até 48 horas após a coleta (Classe B)	12 horas 48 horas (Classe B) 36 horas (Classe C) 60 dias
Toxicidade Crônica ***Ceriodaphnia dubia***	B, C	P VA **(6)**	1 L (Classe B) 2 L (Classe C)	Resfriamento (em gelo)	Resfriamento (em gelo) Refrigeração < 10 °C, sem congelamento Congelamento a < -10 °C até 36 horas após a coleta (Classe C) **(5)** até 48 horas após a coleta (Classe B)	12 horas 48 horas (Classe B) 36 horas (Classe C) 60 dias
Toxicidade ***Hyalella azteca***	D	PP	1 kg (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	60 dias
Toxicidade aguda ***Mysidopsis juniae***	B, C	P VA **(6)**	2 L	Resfriamento (em gelo)	Resfriamento (em gelo) Refrigeração < 10 °C, sem congelamento Congelamento < -10 °C até 36 horas após a coleta (Classe C) **(5)** até 48 horas após a coleta (Classe B)	12 horas 48 horas (Classe B) 36 horas (Classe C) 60 dias

Tipo de Ensaio/ Organismo-teste	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento (4)	Prazo de Validade (2)
Toxicidade crônica Ouriço-do-mar	B, C	P VA	2 L	Resfriamento (em gelo)	Resfriamento (em gelo)	12 horas
					Refrigeração < 10 ºC, sem congelamento	48 horas (Classe B) 36 horas (Classe C)
					Congelamento a < -10 ºC até 48 horas após a coleta	60 dias
Toxicidade crônica Ouriço-do-mar / Anfípodes marinhos	D	PP (700 mL)	1 kg (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 ºC, sem congelamento	60 dias

Tabela A.4. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios ecotoxicológicos com organismos aquáticos – Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipientes: P = Frasco plástico descartável (de polímero inerte); PP = Frasco plástico descartável (de polímero inerte), do tipo pote ou saco plástico; VA = Frasco de vidro de cor âmbar; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Os frascos devem estar totalmente preenchidos com a amostra, de maneira a evitar a presença de ar; **(4)** No armazenamento por congelamento, se a amostra for coletada em frasco VA, deve-se transferir o volume coletado para frasco P, deixando um espaço no frasco que possibilite o congelamento da amostra sem que haja danos ao frasco de coleta. Não é recomendado o congelamento de amostras em frascos VA; **(5)** Quando não se conhece a interferência do congelamento na amostra, a opção de congelamento deve ser evitada. Os componentes de resíduos sólidos encontrados em efluentes (filtráveis e não filtráveis) se alteram com o congelamento e descongelamento (ABNT NBR 15469, 2021); **(6)** Utilizar frasco de vidro para amostras de água superficial ou efluentes onde há a suspeita da presença de compostos orgânicos, como agrotóxicos e óleos.

NOTA: O volume sugerido corresponde ao volume mínimo para a realização de 01 ensaio (ABNT NBR 15469, 2021).

Ensaio/ Organismo	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra (3)	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Toxicidade aguda / *Vibrio fischeri*	A, B, C	P PIP	30 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	48 horas
					Congelamento < -10 °C	60 dias
Toxicidade aguda / *Vibrio fischeri*	D	PP	500 g (aproximadamente)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	60 dias

Tabela A.5. Armazenamento e preservação de amostras para testes de toxicidade aguda com bactérias luminescentes *Vibrio fischeri* (Microtox®) – Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipientes: P PIP = Frasco plástico descartável (de polímero inerte), com sistema de fechamento com trava e lacre; **PP =** Frasco plástico descartável (de polímero inerte) do tipo pote; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Os frascos devem estar totalmente preenchidos com a amostra, de maneira a evitar a presença de ar.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Mutagenicidade	A, B, C	VA LE	**(3)**	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 2 e 8 °C	14 dias **(5)** 40 dias **(6)**
Mutagenicidade – amostra filtrada	A, B, C	VA LE	**(3)**	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 2 e 8 °C	48 horas
Mutagenicidade	D	PP (500 mL)	>100 g (aproximadament)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 2 e 8 °C	14 dias **(5)** 40 dias **(6)**

Tabela A.6. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de mutagenicidade (*Salmonella*/microssoma) – Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipientes: LE = Limpeza especial (ver Capítulo 3); **PP** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte) do tipo pote; **VA** = Frasco de vidro de cor âmbar; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** 2L a 20L para água bruta, 10L a 100L para água tratada e 1L a 5L para água residuária (efluentes líquidos/ efluentes domésticos ou mistura de ambos); **(4)** USEPA, 2012; **(5)** Da coleta até extração orgânica; **(6)** Entre a extração orgânica e a análise biológica.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra (2)	Preservação (3)	Armazenamento	Prazo de Validade (4)
Indicadores bacterianos (5)	A, B (água de consumo humano)	P, V, SP LE	250 a 500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	30 horas **(R)** 24 horas **(AC)**
	B	P, V, SP LE	250 a 500 mL			8 horas **(R)** 24 horas **(AC)**
	C	P, V, SP LE	250 a 500 mL			24 horas **(R, AC)**
	D	PP, SP LE	500 g (aproximadamente)			24 horas

Indicadores virais (6)	A, B, C	P, V, SP LE	250 a 500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	48 horas **(A, B)**
						24 horas **(C)**
	D	PP, SP LE	500 g (aproximadamente)			48 horas
Fungos – bolores e leveduras	A, B, C	P, V, SP LE	250 a 500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	24 horas
	D	PP, SP LE	500 g (aproximadamente)			
Microrganismos patogênicos (bactérias, vírus, protozoários e helmintos) (7)	A, B, C	P, V, SP LE	1 a 1000 L **(8) (9)**	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	24 horas **(10)**
	D	PP, SP, LE	500 g **(8)**			
Bactérias dos ciclos biogeoquímicos	A, B, C	P, V, SP LE **(11)**	250 a 500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração < 10 °C, sem congelamento	24 horas
	D	PP, SP LE	500 g (aproximadamente)			

Tabela A.7. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios microbiológicos - Água e Sedimento.

Legenda: (1) Recipiente: LE = Limpeza e preparo especial (ver Capítulo 3); **P** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte); **PP** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte) do tipo pote; **V** = Frasco de vidro neutro; **SP** = sacos plásticos estéreis; **(2)** Coletar volumes (ou massas) suficientes de amostra para as análises a serem realizadas; **(3)** A preservação química necessária para as amostras das classes A, B e C é adicionada no recipiente no momento de sua preparação (ver capítulo 3); **(4)** A partir do momento da coleta das amostras (R = prazo regulatório, AC = análise para controle); **(5)** Coliformes totais, Coliformes termotolerantes, *E. coli*, Enterococos, *Clostridium perfringens* e *Pseudomonas aeruginosa*; bactérias heterotróficas - somente para água de consumo humano; **(6)** Bacteriófagos somáticos e bacteriófagos F-específicos; **(7)** Em amostras de água de classe B e C, pode-se realizar o ensaio de bactérias patogênicas com mecha (técnica de Moore), em meio de transporte Cary e Blair (ver capítulo 3), sendo o prazo de validade de 96 horas; **(8)** Coletar volumes (ou massas) compatíveis com a contaminação da amostra, ou seja, quanto melhor a qualidade da matriz, maiores devem ser os volumes ou massas coletados; **(9)** Volumes elevados devem ser concentrados em campo; **(10)** Para *Giardia* sp. e *Cryptosporidium* sp. o prazo de validade é de 72 horas; **(11)** Para os microrganismos anaeróbios estritos os frascos devem estar totalmente preenchidos com a amostra, de maneira a evitar a presença de ar (anaerobiose requerida); **(R)** Prazo regulatório; **(AC)** Análise para controle..

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Clorofila *a* e Feofitina *a* (Filtrada no laboratório)	B	VA BL	1 L **(3)**	Resfriamento (em gelo) e proteger da luz.	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento e ao abrigo da luz **(4)**	48 horas
Clorofila *a* e Feofitina *a* (Filtrada em campo)	B	VA BL	1 L **(3)**	Resfriamento (em gelo) e proteger da luz até o momento da filtração.	**(5)**	28 dias

Tabela A.8. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de clorofila *a* e feofitina *a* – Água bruta.
Legenda: (1) Recipientes: BL = Boca larga; **VA** = Frasco de vidro de cor âmbar; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** O frasco não deve ser totalmente preenchido e quando solicitado as amostras devem ser coletadas em réplicas; **(4)** O frasco deve ser enviado ao laboratório sob refrigeração e protegido da luz no prazo de 48 horas. Na impossibilidade de cumprimento deste prazo, as amostras devem ser filtradas; **(5)** Após a filtração, a membrana filtrante deve ser colocada em um envelope de papel do tipo *kraft*, devidamente identificado. O envelope deve ser acondicionado em frasco (ou dessecador) contendo sílica gel, sendo o frasco envolvido em papel alumínio, para proteger da luz. O frasco contendo as amostras filtradas deve ser mantido em freezer e encaminhado posteriormente, sob refrigeração, ao laboratório onde deve ser armazenado a -20ºC.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Fitoplâncton vivo	B	VA BL	1 L **(4)**	Resfriamento (em gelo) **(5)** e proteger da luz.	Refrigeração entre 2 ºC e 8 ºC **(5)** e manter ao abrigo da luz.	24 horas
Fitoplâncton fixado	B	V **(3)**, VA	100 mL	Formol (6) ou Lugol **(7) (8)**	Manter ao abrigo da luz	5 anos **(6)** 1 ano **(7) (9)**

Tabela A.9. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de fitoplâncton – Água.
Legenda: (1) Recipientes: BL = Boca larga; **V** = Frasco de vidro neutro; **VA** = Frasco de vidro de cor âmbar; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras**; (3)** Para amostras fixadas em formol; **(4)** O frasco não deve ser totalmente preenchido; **(5)** Evitar o contato do frasco com o gelo, pois algumas cianobactérias são danificadas em temperaturas baixas como, por exemplo, as do gênero *Raphidiopsis*; **(6)** Formol neutralizado, até concentração final de 5%; **(7)** Adicionar lugol até obter uma coloração de conhaque (0,3 mL a 0,5 mL/100 mL e em casos de floração 0,5 mL a 1,0 mL/100 mL); **(8)** As amostras preservadas com formol ou lugol devem ser acondicionadas e transportadas em caixa térmica separadas dos demais ensaios; **(9)** No caso do lugol é necessária a reposição anual do preservante.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Perifíton vivo	B	V	150 mL **(3)**	Resfriamento e proteger da luz	Refrigeração entre 4 ºC e 10 °C e Manter ao abrigo da luz	24 horas
Perifíton fixado				Formol **(4)** ou Lugol **(5)**; solução Transeau (1:1)	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado **(6)**
				Congelamento **(7)**	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado

Tabela A.10. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de perifíton.
Legenda: (1) Recipiente: V = Frasco de vidro neutro; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** O frasco não deve ser totalmente preenchido; **(4)** Concentração final do formol neutralizado a 4% (ou 3 mL a 5 mL de lugol para 1 L de amostra); **(5)** As amostras preservadas com formol ou lugol devem ser acondicionadas e transportadas em caixa térmica separadas dos demais ensaios; **(6)** No caso do lugol é necessária a reposição do preservante caso a amostra for permanecer armazenada por período superior a 1 ano; **(7)** Para análise de biomassa, composição de diatomáceas e abundância semiquantitativa de táxons, como clorofíceas e cianofíceas (método prático para preservação de grandes amostras).

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Zooplâncton vivo	B	P, V (250 mL; 500 mL)	100 L (mínimo para água doce) 1 m^3 (mínimo para água marinha)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 4 ºC e 10 ºC	24 horas
Zooplâncton fixado				Formol **(3)** **(4)** ou Etanol 70 a 95º GL **(5)** **(6)**	Manter ao abrigo da luz **(7)** **(8)**	Indeterminado

Tabela A.11. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de zooplâncton.
Legenda: (1) Recipientes: P = Frasco plástico descartável (de polímero inerte); **V =** Frasco de vidro neutro; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Em formol neutralizado e diluído a 10%; **(4)** Para o zooplâncton de água doce, adicionar água gaseificada na proporção de 1:20 (1 parte de água gaseificada para 20 partes da amostra concentrada), esperar 15 minutos e fixar com o formol neutralizado, com adição de sacarose (concentração final: formol 10%) (após a adição do formol preencher com água reagente até o gargalo do frasco); para o zooplâncton marinho, após a adição do formol preencher com água do local até o gargalo do frasco; **(5)** Utilizar em campo, preferencialmente, etanol na concentração 95 °GL; **(6)** Em amostras muito túrbidas, quando aplicável, sugere-se a adição do corante Rosa de Bengala 0,1% (em campo ou em laboratório); **(7)** Recomenda-se o uso de batoque cego na boca do frasco; **(8)** As amostras preservadas devem ser acondicionadas e transportadas em caixa térmica, separadas dos demais ensaios.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Macrófitas: Bioacumulação	E	SP	300 g por fração a ser analisada	Resfriamento (em gelo) Manter ao abrigo da luz	Refrigeração entre 4 °C e 10 °C **(2)** Manter ao abrigo da luz	Amostras frescas: 7 dias Amostras secas e maceradas: 3 meses

Tabela A.12. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios com macrófitas.

Legenda: (1) Recipiente: SP = Sacos plásticos reforçados descartáveis (de polímero inerte); **(2)** A partir do momento da coleta das amostras.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1) (2)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (3)
Bentos de água doce (pegador ou substrato artificial)	D	SP **(4)**	**(5)**	Formol **(7)**	Manter ao abrigo da luz	Até a lavagem: 48 horas Após a lavagem e preservação: Indeterminado **(7) (8)**
	E		**(6)**	Resfriamento (em gelo)	Congelamento	Indeterminado
Bentos de água doce (delimitador ou rede manual)	D	PP **(2)**	**(5)**	Formol **(7)** ou Álcool 70 °GL	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado
	E		**(6)**	Resfriamento (em gelo)	Congelamento	Indeterminado
Bentos marinho: Costões rochosos	D, E	V, PP	Variável **(7)**	Formol **(9) (10)**	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado

Bentos marinho: Praia	D, E	SP **(4)**, V, PP (500 mL)	Volume de 1 delimitador para cada nível	Resfriamento (em gelo) Manter ao abrigo da luz	Refrigeração entre 4 °C e 10 °C e manter ao abrigo da luz	Até a lavagem: 24 horas **(11)** Após a lavagem e preservação: Indeterminado **(9) (10)**
				Formol **(9) (10)**	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado
Bentos marinho: Infralitoral	D, E	SP **(4),** V, PP	Volume de 1 pegada ou 1 draga	Resfriamento (em gelo) Manter ao abrigo da luz	Refrigeração entre 4 °C e 10 °C e manter ao abrigo da luz	Até lavagem: 24 horas Após lavagem e preservação: Indeterminado **(9) (10)**
				Formol **(9) (10)**	Manter ao abrigo da luz	Indeterminado

Tabela A.13. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios com bentos.

Legenda: (1) Recipientes: PP = Frasco plástico descartável (de polímero inerte) do tipo pote; **SP =** Sacos plásticos reforçados descartáveis (de polímero inerte); **V =** Frasco de vidro neutro; **(2)** As amostras não lavadas em campo devem ser transferidas diretamente para dois sacos plásticos reforçados, um dentro do outro, e as bocas devem ser firmemente fechadas, de modo independente; para acondicionar as amostras lavadas em campo, os recipientes mais apropriados são os recipientes de polietileno, tipo "pote" de 500 a 1000 mL; para acondicionar os organismos retidos nas peneiras e triados, utilizar potes com capacidades inferiores e variáveis (50 mL a 100 mL); **(3)** A partir do momento da coleta das amostras; **(4)** Manter o saco plástico em balde ou caixa até o momento da lavagem da amostra; **(5)** Volume de 1 pegada ou 1 delimitador ou 1 substrato ou 1 período de passagem da rede; **(6)** Depende do número de réplicas necessárias para o estudo; **(7)** Depende do número de níveis do transecto e da necessidade de confirmação de identificações; **(8)** Formol neutralizado, até a concentração final de 5 a 10%; **(9)** Formol neutralizado, até a concentração final de 10%; **(10)** As amostras preservadas com formol ou lugol devem ser acondicionadas e transportadas em caixa térmica separadas dos demais ensaios; **(11)** Para evitar choque osmótico, lavar preferencialmente em campo com a água do próprio local.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Comunidades/Mortandades	E	SP, PA **(3)**	mínimo de 10 e máximo de 25 indivíduos de cada espécie	Resfriamento (em gelo) Manter ao abrigo da luz	Refrigeração entre 4 °C e 10 °C **(4)**	24 horas
Metais		SP, PP			Congelamento	Indeterminado
Orgânicos		PA **(3)**			Congelamento	Indeterminado

Tabela A.14. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios de nécton (peixes).

Legenda: (1) Recipientes: PA = Papel alumínio para envolver as amostras de peixes; **PP** = Frasco plástico descartável (de polímero inerte), do tipo pote; **SP** = Saco plástico reforçado descartável (de polímero inerte) para o acondicionamento das amostras de peixes para avaliação de comunidades nectônicas, ensaios de metais pesados, ensaios biométricos e necroscópicos; **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Somente para ensaios orgânicos; **(4)** Em eventos de mortandade, nunca congelar os peixes, apenas resfriá-los em gelo.

Ensaio	Classe da Amostra	Recipiente (1)	Quantidade de Amostra	Preservação	Armazenamento	Prazo de Validade (2)
Determinação da atividade estrogênica (BLYES)	A, B, C	VA LE **(3)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias
Determinação da atividade glicocorticoide (GR-CALUX®)	A, B, C	VA LE **(3)**	1 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração ≤ 6 °C, sem congelamento	7 dias

Tabela A.15. Armazenamento e preservação de amostras para ensaios bioanalíticos - Água.

Legenda: (1) Recipientes: **VA** = Frasco de vidro de cor âmbar; **LE** = Limpeza especial (ver Capítulo 3); **(2)** A partir do momento da coleta das amostras; **(3)** Com tampa de rosca com septo de teflon ou folha de alumínio entre o frasco e a tampa.

APÊNDICE B – REFERÊNCIA DE ENSAIOS REALIZADOS EM EFLUENTES INDUSTRIAIS

Na tabela a seguir estão indicados os ensaios pertinentes a diversas atividades industriais; contudo, esta tabela deve ser utilizada apenas como referência, devendo o técnico acrescentar, ou não, outros ensaios com base no levantamento industrial e na vistoria realizada no local.

ENSAIOS	TIPOS DE INDÚSTRIA															
	Abatedouros e Frigoríficos	Açúcar e Álcool	Alimentícia	Amianto	Automóvel	Baterias	Bebidas	Borrachas	Celulose e Papel	Cereais	Componentes Elétro-eletrônico	Concreto, Cimento, Cal e Gesso	Curtumes	Estação de Tratamento de Esgotos	Fertilizantes	Fundição de ferro
Alumínio														x	x	
Amônia	x		x						x					x	x	
Arsênio											x				x	
Bário																
Boro															x	
Cádmio					x	x					x			x		
Chumbo					x	x		x			x			x		x
Cianeto					x									x		
Cobre					x	x					x			x		
Coliformes Fecais	x												x	x		
Coliformes Totais	x												x	x		
Crômio Hexavalente					x						x					x
Crômio Total				x	x	x		x			x	x	x	x	x	x
DBO	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
DQO	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Estanho					x						x					
Fenóis					x				x					x		x
Ferro Solúvel					x	x					x	x		x	x	x
Fluoretos											x				x	
Fosfatos	x		x	x		x	x		x			x		x	x	
Manganês															x	x
Mercúrio													x	x	x	
Níquel					x	x								x		x

TIPOS DE INDÚSTRIA																		
Galvanoplastia	Laticínios	Materias Plásticos e Sintéticos	Metalúrgicas	Mineração	Móveis de Madeira	Petroquímica e Refinaria	Porcelana	Processamento de alumínio	Processamento de Cobre	Produção de Óleos Vegetais	Produtos Farmacêuticos	Produtos Inorgânicos	Produtos Orgânicos	Siderurgia	Têxteis	Vegetais e Frutas Enlatadas	Vidros e Cerâmicas	Planta de Incineração de Resíduos
			x					x										
						x				x	x		x	x				
					x							x			x			x
				x														
												x						
x		x	x									x	x	x	x		x	x
x		x	x			x	x		x			x	x	x	x		x	x
x		x	x					x				x	x	x	x		x	x
x		x				x		x	x				x		x		x	x
	x																	
	x																	
x			x															
x			x		x	x	x	x	x			x	x	x	x		x	x
x	x	x	x		x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x	x	x			x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x			x					x					x	x	x		x	x
		x	x	x		x		x					x	x	x		x	x
x			x			x	x	x	x			x	x	x	x		x	x
			x				x	x				x					x	x
x	x	x	x			x	x			x	x	x	x					x
x								x					x				x	x
x												x	x				x	x
x			x				x	x	x				x		x			

ENSAIOS	TIPOS DE INDÚSTRIA															
	Abatedouros e Frigoríficos	Açúcar e Álcool	Alimentícia	Amianto	Automóvel	Baterias	Bebidas	Borrachas	Celulose e Papel	Cereais	Componentes Elétro-eletrônico	Concreto, Cimento, Cal e Gesso	Curtumes	Estação de Tratamento de Esgotos	Fertilizantes	Fundição de ferro
Nitrogênio amoniacal	x		x		x		x		x				x	x	x	
Nitrogênio Nitrato	x		x		x		x		x				x	x	x	
Nitrogênio Nitrito	x		x		x		x		x				x	x	x	
Nitrogênio Orgânico	x		x		x		x		x				x	x	x	
Nitrogênio Total	x		x		x		x		x				x	x	x	
Óleos e Graxas	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
pH	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Prata																x
Resíduo Sedimentável	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Selênio											x					
Série de Resíduos	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Solventes Aromáticos					x	x		x	x		x		x	x		
Solventes Halogenados					x	x		x	x		x		x	x		
Sulfatos				x	x	x		x	x			x	x	x	x	
Sulfetos						x		x	x			x	x	x	x	
Surfactantes	x	x			x	x	x	x	x				x	x		
Temperatura	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
Zinco				x	x	x		x				x		x	x	x

Tabela B.1. Ensaios realizados em cada tipo de indústria.

TIPOS DE INDÚSTRIA																		
Galvanoplastia	Laticínios	Materias Plásticos e Sintéticos	Metalúrgicas	Mineração	Móveis de Madeira	Petroquímica e Refinaria	Porcelana	Processamento de alumínio	Processamento de Cobre	Produção de Óleos Vegetais	Produtos Farmacêuticos	Produtos Inorgânicos	Produtos Orgânicos	Siderurgia	Têxteis	Vegetais e Frutas Enlatadas	Vidros e Cerâmicas	Planta de Incineração de Resíduos
	x	x				x				x	x	x	x	x		x		
	x	x				x				x	x	x	x	x		x		
	x	x				x				x	x	x	x	x		x		
	x	x				x				x	x	x	x	x		x		
	x	x				x				x	x	x	x	x		x		
x	x	x	x		x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	
x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x		x															x	x
x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x		x	x		x	x	x				x		x		x			x
x		x	x		x	x	x				x		x		x			x
x		x				x		x				x		x	x		x	x
x						x						x		x	x			x
x	x					x									x			
x	x	x	x		x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
x		x	x			x	x	x	x				x	x	x		x	x

APÊNDICE C – PREPARO DE SOLUÇÕES E REAGENTES

1. MEIO DE TRANSPORTE CARY E BLAIR (TÉCNICA DE MOORE)

Fórmula: 1,5 g de tioglicolato de sódio ($C_2H_3NaO_2S$), 1,1 g de fosfato de sódio dibásico anidro (Na_2HPO_4), 5 g de cloreto de sódio (NaCl) e 5 g de agar.

- Pesar os ingredientes acima ou pesar meio desidratado (*Cary and Blair Transport Medium*) na quantidade especificada pelo fabricante e acrescentar 991 mL de água destilada/purificada;
- Aquecer em banho-maria fervente, com agitação constante até completa dissolução, mantendo o meio por mais 15 minutos, para esterilizá-lo;
- Estabilizar o meio de cultura a uma temperatura de 50 a 55 °C, em banho-maria;
- Adicionar, assepticamente, 9 mL de cloreto de cálcio ($CaCl_2$) 1%;
- Ajustar o pH final 8,4 ± 0,2;
- Distribuir volumes de 300 mL em sacos plásticos estéreis de 20 L;
- Fechar os sacos e etiquetar com o nome do meio de cultura, nome do responsável pelo preparo, datas de preparo e validade e o número do lote;
- Armazenar em refrigerador de 2 a 8 °C;
- Válido por 15 dias.

2. SOLUÇÃO DE ACETATO DE ZINCO ($ZN(C_2H_3O_2)_2$) 2M

- Pesar 220 g de acetato de zinco em béquer de 1 L;
- Adicionar cerca de 500 mL de água destilada/purificada;
- Agitar até dissolução;
- Transferir para balão volumétrico de 1 L;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

3. SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO (HCL) 10% (1+9)

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 600 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 100 mL do ácido concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

4. SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO (HCL) 50% (1+1)

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 400 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 500 mL do ácido concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

5. SOLUÇÃO DE ÁCIDO NÍTRICO (HNO_3) 10% (1+9)

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 600 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 100 mL do ácido nítrico concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

6. SOLUÇÃO DE ÁCIDO NÍTRICO (HNO_3) 50% (1+1)

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 400 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 500 mL do ácido nítrico concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

7. SOLUÇÃO DE ÁCIDO SULFÚRICO (H_2SO_4) 50% (1+1)

- Em um balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 400 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 500 mL do ácido sulfúrico concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

8. SOLUÇÃO DE ÁCIDO SULFÚRICO (H_2SO_4) 10% (1+9)

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 600 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar, vagarosamente, 100 mL de ácido sulfúrico concentrado;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

9. SOLUÇÃO DE ÁCIDO SULFÚRICO (H_2SO_4) / ÁCIDO NÍTRICO (HNO_3) 10% (6+1)

- Misturar 6 partes da solução de ácido sulfúrico 10% e 1 parte da solução de ácido nítrico 10%.

10. SOLUÇÃO ALCALI-IODETO-AZIDA

- Em balão volumétrico de 1 L, dissolver 500 g de hidróxido de sódio (NaOH) P.A. e 150 g de iodeto de potássio (KI) P.A. em água destilada/purificada (em banho de água fria ou gelo);
- Acrescentar 10 g de azida sódica (NaN_3) dissolvidos em 40 mL de água destilada/purificada;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

NOTA: No caso de uso em ensaios de amostras de água do mar, não é necessária a adição azida sódica.

11. SOLUÇÃO DE ÁLCOOL 70º GL

- Diluir o álcool comercial 96º GL em água destilada/purificada;
- Medir seu grau continuamente com um alcoômetro (segundo Gay-Lussac), até que se atinja 70º GL.

12. SOLUÇÃO DE AMIDO 2%

- Pesar separadamente 2 g de amido solúvel P.A. e 0,2 g de ácido salicílico P.A.;
- Transferir para béquer de 200 mL. Adicionar 10 mL de água destilada/purificada e agitar até dissolução;
- Adicionar 95 mL de água destilada/purificada quente;
- Aquecer até a fervura, durante 5 minutos;
- Deixar esfriar e acondicionar em frasco de plástico inerte e resistente, ao abrigo da luz.

13. SOLUÇÃO DE CARBONATO DE MAGNÉSIO ($MGCO_3$) 1%

- Dissolver 1 g de carbonato de magnésio finamente pulverizado em 100 mL de água destilada/purificada.

14. SOLUÇÃO DE CLORETO DE CÁLCIO DIHIDRATADO ($CACL_2.2H_2O$) 1%

- Em um balão volumétrico de 100 mL dissolver 1 g de cloreto de cálcio dihidratado em 100 mL de água destilada/purificada;
- Homogeneizar até a completa dissolução do sal.

15. SOLUÇÃO DE CORANTE ROSA-DE-BENGALA 0,1%

- Adicionar 1 g do corante em 1 L de solução de formol 10% ou etanol 70-95º GL.

16. SOLUÇÃO DE DETERGENTE ALCALINO 0,1%

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 900 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar 1 mL do detergente;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

17. SOLUÇÃO DE DETERGENTE ENZIMÁTICO 0,5%

- Em balão volumétrico de 1 L, adicionar aproximadamente 900 mL de água destilada/purificada;
- Acrescentar 5 mL do detergente;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

18. SOLUÇÃO DE EDTA ($C_{10}H_{16}N_2O_8$) 15%

- Em balão volumétrico de 1 L, dissolver 150 g de EDTA em água destilada/purificada;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

19. SOLUÇÃO DE FLUORETO DE POTÁSSIO 20%

- Em um balão volumétrico de 1 L dissolver 200 g de fluoreto de potássio dihidratado ($KF.2H_2O$) P.A. em água destilada/purificada;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

20. SOLUÇÃO DE FORMOL NEUTRALIZADO

O formol contém em sua composição em média 40% de formaldeído. Por esse motivo uma solução de formol 10% (também conhecida como formalina 10%) equivale a uma solução de formaldeído 4%. Portanto, para fins de padronização no texto deste Guia, todas as orientações de preservação referem-se às concentrações de formol.

(a) Procedimento para o emprego em amostras de plâncton (fitoplâncton e zooplâncton):

- Adicionar 5 g de bicarbonato de sódio (ou 20 g de tetraborato de sódio) em 1 L de formol P.A.

(b) Procedimento para o emprego em amostras de bentos:

- Medir o pH do formol com fita indicadora de pH ou pHmetro;
- Acrescentar, aos poucos, quantidade suficiente de bicarbonato de sódio (ou tetraborato de sódio) para que o pH se torne 7.

21. SOLUÇÃO DE FORMOL NEUTRALIZADO, COM SACAROSE

- Diluir 40 g de sacarose (açúcar) em 1 L de formol P.A. previamente neutralizado com bicarbonato de sódio ou tetraborato de sódio.

22. SOLUÇÃO DE FORMOL 4%

- Em uma proveta, diluir 1 parte de formol P.A. em 24 partes de água destilada/purificada.

23. SOLUÇÃO DE FORMOL 5%

- Em uma proveta, diluir 1 parte de formol P.A. em 19 partes de água destilada/purificada.

24. SOLUÇÃO DE FORMOL 10%

- Em uma proveta, diluir 1 parte de formol P.A. em 9 partes de água destilada/purificada.

25. SOLUÇÃO DE FORMOL 20%

- Em uma proveta, diluir 1 parte de formol P.A. em 4 partes de água destilada/purificada.

26. SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NAOH) 10M

- Dissolver 400 g de hidróxido de sódio (NaOH) em 500 mL de água destilada/purificada;
- Transferir para um balão volumétrico de 1 L;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

27. SOLUÇÃO DE LUGOL (IODO RESSUBLIMADO E IODETO DE POTÁSSIO – KI)

- Adicionar 20 g de iodeto de potássio em 200 mL de água destilada/purificada;

- Adicionar 10 g de iodo puro em 20 mL de ácido acético glacial;
- Misturar e homogeneizar as duas soluções;
- Manter ao abrigo da luz.

28. SOLUÇÃO METANOL/AMÔNIO (50+1)

- Acrescentar 20 mL de hidróxido de amônio a 1 L de metanol.

29. SOLUÇÃO DE ROSA DE BENGALA 0,1%

- Dissolver 0,1 g de corante Rosa de Bengala em 100 mL de água reagente (água destilada/purificada, por exemplo);
- Transferir para um frasco escuro e homogeneizar;
- Manter ao abrigo da luz.

30. SOLUÇÃO DE SULFATO MANGANOSO 2,14M

- Dissolver 400 g de $MnSO_4.2H_2O$ em água destilada/purificada;
- Filtrar e completar o volume com água destilada/purificada para 1 L em balão volumétrico.

31. SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO ($NA_2S_2O_3$) 0,0125N PADRONIZADA

- Pesar 3,1025 g de tiossulfato de sódio P.A. em béquer de 500 mL;
- Adicionar cerca de 400 mL de água destilada/purificada e agitar até dissolução;
- Transferir para balão de 1 L;
- Adicionar 1 g de Hidróxido de Sódio P.A. e agitar até dissolução;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada, homogeneizar e guardar em frasco escuro.

32. SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO ($NA_2S_2O_3$) 3%

- Em balão volumétrico de 1 L dissolver 30 g de tiossulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) em 100 mL de água destilada/purificada;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

33. SOLUÇÃO DE TIOSSULFATO DE SÓDIO ($NA_2S_2O_3$) 10%

- Em balão volumétrico de 1 L dissolver 100 g de tiossulfato de sódio ($Na_2S_2O_3$) em 100 mL de água destilada/purificada;
- Completar o volume para 1 L com água destilada/purificada.

34. SOLUÇÃO TRANSEAU

- Acrescentar 6 partes de água destilada, 3 partes de etanol 95 º GL e 1 parte de formol P.A.

APÊNDICE D – VÍDEO

Em conjunto com a primeira edição do Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras de Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquido, houve a produção de um vídeo que demonstra os principais procedimentos constantes naquela edição e apresenta informações sobre elaboração do Panorama da Qualidade das Águas Superficiais do Brasil – 2010.

O vídeo está disponível na página da Escola Superior da CETESB no YouTube (https://www.youtube.com/watch?v=AhhatXAJIdo) e é dividido em 6 partes:

- Parte I: Introdução
- Parte II: Preparação
- Parte III: Análises realizadas em campo
- Parte IV: Coleta de amostra em água bruta
- Parte V: Preservação de amostras
- Parte VI: Acondicionamento, transporte e recepção em laboratório

Decorridos mais de 10 anos, o material elaborado continua sendo bastante ilustrativo e didático para um contato inicial com a temática. Recomendamos, porém, que o vídeo seja utilizado em conjunto com as informações atualizadas contidas nessa edição atualizada do Guia Nacional de Coleta.

ANOTAÇÕES

Em cooperação

unesco

ABC
AGÊNCIA BRASILEIRA DE COOPERAÇÃO
MINISTÉRIO DAS RELAÇÕES EXTERIORES

CETESB

Secretaria de
Meio Ambiente, Infraestrutura e Logística

SÃO PAULO
GOVERNO DO ESTADO

ANA
AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS E SANEAMENTO BÁSICO

MINISTÉRIO DA
INTEGRAÇÃO E DO
DESENVOLVIMENTO
REGIONAL

GOVERNO FEDERAL
BRASIL
UNIÃO E RECONSTRUÇÃO

9 786588 101506