

**BRA/08/G32: BRASIL – ESTABELECIMENTO DA GESTÃO DE RESÍDUOS DE PCB E
SISTEMA DE DISPOSIÇÃO**

RELATÓRIO FINAL

PRODUTO 03

**Relatório Final com Detalhamento de procedimentos que visem a
acreditação e uniformização de técnicas de análise , coleta e etiquetagem de
material que contenha PCB**

Ribeirão Preto , fevereiro de 2012
JANETE APARECIDA DA SILVA
Consultor Técnico GT2
CONTRATO Nº2011/000206

Produto 03 - Relatório final em formato eletrônico em Word e uma via impressa , em português, com detalhamento de procedimentos que visem a acreditação e uniformização de técnicas de análise, coleta e etiquetagem de material que contenha PCB. Também deverá ser identificado os principais problemas e as possíveis soluções de divergências de resultados.

1- INTRODUÇÃO

Em prosseguimento aos trabalhos do projeto BRA/08/G32, este relatório final contempla a acreditação e uniformização das técnicas de análise, dando ênfase finalmente aos principais problemas e sugerindo as soluções analíticas para a tão comentada divergência de resultados obtidos entre os laboratórios executores de análise de PCBs no óleo isolante.

Resumindo, com relação ao estudo das metodologias utilizadas para análise de PCBs no óleo isolante , esta consultora fez um levantamento a saber:

1-Standard Test Method for Analysis of Polychlorinated Biphenyls in Insulating Liquids by Gas Chromatography-Designation: D4059-00

Designada ASTM D 4059- Esta é a Norma Americana usada nos Estados Unidos da América.

Escopo

Esta Norma especifica um método que determina quantitativamente a concentração dos PCBs em líquidos isolantes elétricos pela cromatografia gasosa. Também é aplicável à determinação dos PCBs presentes na mistura conhecida como “ascarel”, usada como líquido isolante elétrico.

Sumário

A amostra é diluída com solvente adequado, geralmente n- hexano. A solução resultante é purificada para remoção dos interferentes. Uma alíquota da solução purificada é injetada no cromatógrafo gasoso. Os componentes são separados pela coluna cromatográfica. Uma diferença de potencial entre o gás de

arraste que passa pela coluna e do gás carregando a amostra, é medido e mostrado como cromatograma. A quantificação é feita comparando-se o perfil cromatográfico da amostra e do padrão obtido nas mesmas condições analíticas.

AVALIAÇÃO DA METODOLOGIA Designada ASTM D 4059

O método é mais simples e existem várias maneiras para se fazer a quantificação e todas são consideradas corretas. Existe também um tratamento estatístico que nos permite avaliar o desempenho da metodologia.

Com relação à purificação faz referência apenas à fase estacionária, o que nos permite, caso se deseje, inserir um SPE para purificação. Essa metodologia é revisada de 5 em 5 anos e permanece inalterada desde 1995.

2-Contamination By Polyhalogenated Biphenyls(PCBs)-Method of Determination by Capillary Column Gas Chromatography-IEC (International Electrotechnical Commission) 61619

Designada IEC 61619- Esta é a Norma usada pela Comunidade Européia

Escopo

Esta Norma Internacional especifica um método para a determinação da concentração do PCB em líquidos isolantes não halogenados por cromatografia gasosa com coluna capilar usando detetor de captura de elétrons. O Método determina o conteúdo total de PCB e é aplicável quando for necessário uma análise detalhada dos congêneres de PCB.

O método é aplicável para líquido isolante novo, regenerado ou usado, contaminado por PCB.

Sumário

Os congêneres de PCBs são determinados por cromatografia gasosa com temperatura programada, usando cromatógrafo com coluna capilar de alta eficiência de separação entre os PCBs individuais ou em pequenos grupos de congêneres sobrepostos.

A sensibilidade do detetor por captura de elétrons(ECD) poderá ser reduzida pela presença de óleo mineral. Neste método a amostra é diluída 100 vezes para minimizar esse efeito.Há um procedimento de purificação (clean-up) utilizado para remover muitas impurezas que provavelmente interferem nessa determinação.

Compostos de referência são incluídos para permitir o cálculo do tempo de retenção relativa experimental (ERRTs) que serão comparados com os arquivos de dados dos ERRTs para identificar individual ou grupos dos congêneres .Para quantificação foi adicionado um padrão interno.

RRF- Fator de Resposta Relativa- serão tomados de dados tabelados (9.1) e serão corrigidos pelo fator de resposta relativa experimental (ERRFs) obtidos dos compostos de referência e serão aplicados para identificar picos quantificar congêneres individuais ou em grupos, e os valores somados darão o conteúdo total de PCB.

AVALIAÇÃO DA METODOLOGIA IEC 61619

A metodologia é extensa, extremamente minuciosa , com muitas variáveis que poderá dificultar a obtenção de boa reprodutibilidade entre os laboratórios, e além disso gera muito lixo analítico.

O Método é datado de 1997, provavelmente já existe no mercado alguns itens que poderiam ser inseridos nesta Norma para facilitar seu manuseio, como por exemplo, o uso de apenas um SPE contendo simultaneamente dois adsorventes para purificação do extrato.

Não existe a garantia de que os laboratórios seguirão ao pé da letra todas as etapas desta Norma, o que acarretaria o mesmo vício da NBR 13882 vigente.

Esta Norma está em desenvolvimento por uma força tarefa constituída de 11 laboratórios organizados junto ao “CIGRÈ- Conseil International dès Grands Réseaux Eletrifiques” , para estabelecer condições padronizadas de análise e níveis de qualidade analítica aceitáveis . O CIGRÉ é uma organização não governamental internacional que objetiva estimular o desenvolvimento e tecnológico do setor elétrico. A força tarefa é constituída por:

- Empresas do setor elétrico: CELESC- SC ; CELG-GO, Furnas Centrais Elétricas -MG , AES Eletropaulo-SP ; CHESF, Cia Energética do São Francisco.
- Prestadoras de serviços: ACS-GO, Brastrafo-SP , Analab-SP, MGM -SP, Diagno-PR , Laboil - RS.

3-Norma Brasileira – ABNT NBR 13882:2008

Líquidos isolantes Elétricos - Determinação do teor de bifenilas policloradas (PCB)

Escopo

Esta Norma especifica o método para a determinação do teor de bifenilas policloradas (PCB) em líquidos isolantes elétricos não halogenados.

Sumário

A amostra de óleo é tratada para eliminação de interferentes (SPE- Florisil) e analisada por cromatografia gasosa. O resultado é obtido pela comparação de áreas obtidas no cromatograma com a análise prévia de soluções padrão de Aroclor em curvas de calibração, obtidas nas mesmas condições analíticas.

AVALIAÇÃO DA METODOLOGIA NBR 13882

Existem alguns pontos nesta metodologia que poderiam ser melhoradas:

Extração-“pesar” a amostra- diluir em volume conhecido do solvente e proceder á purificação.

Purificação- da maneira descrita o SPE de florisil está saturado, o que inviabiliza a purificação propriamente dita.

Alternativa seria trocar pelo SPE com duas fases estacionárias simultâneas (Num único cartucho).

Quantificação- Preparar o padrões em peso, em óleo isolante isento de PCBs , e submetê –los à mesma purificação aplicada na amostra. Dessa forma os resultados obtidos não precisariam ser divididos por 0,87.
(densidade assumida para o óleo isolante).

À semelhança da IEC 61619, quando a identificação for uma Mistura dos 3 Aroclors, dividir o cromatograma em 3 segmentos e calcular um fator de resposta para cada segmento: Aroclor 1242 ; 1254 e 1260, tendo em vista que a resposta de cada um dos Aroclors não é a mesma no ECD mas, é assumida como se fosse igual, quando se usa o Mix dos 3 Aroclors.

Em Novembro de 2011, também foi criado uma força tarefa dentro do Comitê Brasileiro de Eletricidade - COBEI , da qual esta consultora também faz parte, cuja missão é corrigir as falhas desta NBR 13882, e estabelecer condições padronizadas de análise e níveis de qualidade analítica aceitáveis . O COBEI será um coadjuvante para auxiliar a ABNT, com a finalidade de corrigir as falhas desta Norma vigente.

NOTA- A Empresa Sigma Aldrich estará disponibilizando neste ano de 2012-15 unidades do SPE “sulfóxido”, para o desenvolvimento da purificação que esta consultora em colaboração com o coordenador da força tarefa , desenvolverá em substituição a atual purificação feita com SPE-Florisil.

2-ACREDITAÇÃO DE LABORATÓRIO

A acreditação de um laboratório de análise passa obrigatoriamente pela etapa da implantação da **Norma Brasileira ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005-Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.**

1-Objetivo

1.1 Esta Norma especifica os requisitos gerais para a competência em realizar ensaios e/ou calibrações, incluindo amostragem.

1.2 Esta Norma cobre ensaios e calibrações realizados utilizando métodos normalizados, métodos não normalizados e métodos desenvolvidos pelo laboratório.

2-Referências normativas

ABNT NBRISO/IEC 17000-Avaliação de conformidade-vocabulário e princípios gerais

VIM: Portaria INMETRO n°29 de março de 1995

3-Termos e definições

Para efeitos desta Norma aplicam-se os termos e definições da ABNT NBR ISO/IEC 17000 e do VIM.

4- Requisitos da Direção

4.1-Organização

Atribuições do laboratório :

4.1.1 Ser legalmente responsável;

4.1.2 Realizar as atividades de ensaio e calibração atendendo aos requisitos desta Norma e satisfazer ao cliente;

4.1.3 O sistema de gestão deve cobrir os trabalhos realizados nas instalações do laboratório;

4.1.4 Se o laboratório for parte de uma organização que realiza outras atividades além de ensaios e calibrações , não deverá ter ***conflito de interesse para não influenciar negativamente a conformidade do laboratório. Convém que o laboratório de ensaio e/ou calibração não se envolva em atividades que possam colocar em risco a confiança na sua independência de julgamento e integridade em relação às atividades de ensaio ou calibração.***

4.1.5 Atribuições do laboratório :

a) Ter pessoal gerencial e técnico;

b) Ter meios para assegurar que sua direção ou pessoal estejam livres de pressões ou influências indevidas;

c) Ter políticas e procedimentos para assegurar a proteção das informações confidenciais, incluindo transmissão eletrônica dos resultados;

- d) ter políticas e procedimentos para evitar envolvimento em quaisquer atividades que poderiam diminuir a confiança na sua competência , imparcialidade, julgamento ou integridade operacional;
- e) Definir a estrutura organizacional e gerencial do laboratório;
- f) especificar a responsabilidade , a autoridade e o inter-relacionamento de todo pessoal que gerencia , realiza ou verifica trabalhos que afetem a qualidade dos ensaios e ou/calibrações;
- g) Prover supervisão adequada do pessoal de ensaio e calibração;
- h) Ter gerência técnica;
- i) Nomear um membro como *gerente da qualidade* com acesso direto ao mais alto nível gerencial;
- j) designar substitutos para pessoal-chave no nível gerencial (ver nota);
- k) assegurar que seu pessoal está consciente da pertinência e importância de suas atividades

Nota: Algumas pessoas podem ter mais de uma função.

4.1.6 A alta direção deve assegurar que os processos adequados de comunicação sejam estabelecidos no laboratório e que haja comunicação a respeito da eficácia do sistema de gestão.

4.2-Sistema de Gestão

Atribuições do laboratório :

4.2.1 Estabelecer uma gestão das suas atividades ; documentar suas políticas, sistemas, procedimentos, instruções para assegurar a qualidade dos seus resultados de ensaios e / ou calibrações;

4.2.2 Possuir um manual de qualidade;

- a) o manual de qualidade deve incluir ou fazer referência dos procedimentos técnicos;
- b) manual de qualidade deve definir as atribuições e responsabilidades da gerência técnica e do gerente de qualidade;

- c) comprometimento da direção do laboratório com as boas práticas de laboratório e no atendimento aos clientes;
- e) comprometimento de todo pessoal envolvido nas atividades no que diz respeito à documentação.

4.3 Controle de documentos

4.3.1 Generalidades

O laboratório deve estabelecer e manter procedimentos para controlar todos os documentos que fazem parte do seu sistema de gestão, tais como: regulamentos, normas, métodos de ensaio e ou calibração, especificações, manuais, instruções e software.

4.3.2 Aprovação e emissão dos documentos

4.3.2.1 Todo documento emitido para o pessoal do laboratório deve ser analisado criticamente e aprovado, antes de ser emitido e deverá estar disponível para evitar o uso dos documentos inválidos ou obsoletos;

4.3.2.2 O procedimento adotado deve assegurar que:

- a) edições autorizadas dos documentos estejam disponíveis;
- b) os documentos sejam periodicamente analisados criticamente e revisados, quando necessário para adequação ;
- c) documentos inválidos ou obsoletos devem ser removidos dos pontos de emissão ou uso para não ter uso não intencional;
- d) documentos obsoletos retirados, por motivos legais e/ ou preservação de conhecimento sejam identificados.

4.3.2.3 Os documentos do sistema de gestão gerados pelo laboratório devem ser identificados com: data de emissão e/ou identificação da revisão, paginação, número total de páginas e indicação do final do documento e a autoridade emitente;

4.3.3 Alteração em documentos

4.3.3.1 As alterações nos documentos devem ser analisados criticamente, e aprovados pela mesma função que realizou a análise crítica original.

4.3.3.2 Onde praticável o texto alterado ou novo texto deve ser identificado no documento ou anexo.

4.4.3.3 Se o sistema de controle de documentação do laboratório permitir emendas manuscritas dos documentos, até sua reemissão, devem ser definidos os procedimentos e as pessoas autorizadas para fazer essas emendas.

4.3.3.4 Devem ser estabelecidos procedimentos para descrever como são realizadas e controladas as alterações nos documentos mantidos em sistemas computadorizados.

4.4-Análise crítica de pedidos, propostas e contratos

Atribuições do laboratório :

4.4.1 Estabelecer e manter procedimentos para análise crítica dos pedidos, propostas e contratos;

- a) garantir que os requisitos inclusive o métodos a serem utilizados sejam adequadamente definidos;
- b) ter capacidade e recursos para atender aos requisitos;
- c) selecionar o método de ensaio e ou calibração apropriado e capaz de atender aos requisitos dos cliente.

NOTAS

1. Qualquer diferença entre pedido ou proposta e o contrato devem ser resolvida antes do início do trabalho.

2. Um contrato pode ser qualquer acordo verbal ou escrito para prestação de serviços a um cliente.

4.4.2 Devem ser mantidos registros das análises críticas durante o período de execução do contrato, do tipo registro da data e da identificação (exemplo: rubrica) da pessoa do laboratório responsável pela realização do trabalho contratado;

4.4.3 A análise crítica deve cobrir qualquer trabalho que seja subcontratado pelo laboratório;

4.4.4 O cliente deve ser avisado de qualquer desvio do contrato;

Se um contrato precisar ser modificado depois de iniciado o trabalho, o mesmo processo de análise crítica deve ser repetido e qualquer emenda deve ser comunicada a todo pessoal afetado.

4.5-Subcontratação de ensaios e calibrações

4.5.1 Se o laboratório subcontrata trabalhos seja por razões diversas : sobrecarga de trabalho, incapacidade temporária ou de forma contínua, este trabalho deve ser repassado para subcontratado competente (por exemplo- atenda esta Norma);

4.5.2 Deve informar a subcontratação ao cliente;

4.5.3 O laboratório é responsável por todo subcontratado.

4.5.4 O laboratório deve manter cadastro de todo subcontraatado.

4.6-Aquisição de serviços e suprimentos

Atribuições do laboratório :

4.6.1 Política e procedimento para a seleção e compra de serviços e suprimentos utilizados; devem ter procedimento para compra, recebimento, armazenamento de reagentes e materiais de consumo que sejam importantes para os ensaios e calibrações;

4.6.2 Os suprimentos, reagentes e materiais de consumo adquiridos que afetem a qualidade dos ensaios e calibrações devem ser inspecionados quanto ao atendimento a especificações e normas ou requisitos definidos;

4.6.3 Devem ser mantidos registros das ações tomadas para verificar a conformidade;

4.6.4 Deve avaliar os fornecedores dos materiais de consumo, suprimentos e serviços críticos que afetem a qualidade de ensaios e calibrações;

Manter registros dessas avaliações e listar os que foram aprovados.

4.7 Atendimento ao cliente

Atribuições do laboratório :

4.7.1 Cooperar com o cliente ou seus representantes, para esclarecer o pedido do cliente; monitorar o desempenho do laboratório em relação ao trabalho realizado, desde que assegure a confidencialidade em relação a outros clientes.

Nota 1 Essa cooperação poderá incluir:

- a) Acesso às áreas do laboratório para que os clientes e seus representantes legais presenciem os ensaios e /ou calibrações;
- b) Preparar, embalar e despachar itens do ensaio /eou calibração necessários ao cliente.

NOTA 2

O cliente valoriza a boa comunicação, conselhos e orientações sobre assuntos técnicos, bem como opiniões e interpretações baseadas nos resultados.

É interessante que o laboratório informe ao cliente sobre qualquer atraso ou desvio importante na realização do ensaio e/ou calibração.

4.7.2 O laboratório deverá fazer pesquisa de satisfação ao cliente e análise crítica dos relatórios de ensaio e/ou calibração.

4.8-Reclamação

O laboratório deve ter uma política e procedimento para solucionar as reclamações recebidas de clientes . Devem ser mantidos registros de todas as reclamações e das ações corretivas adotadas (4.11).

4.9-Controle de trabalhos de ensaio e/ou calibração não- conforme

4.9.1 Quando os resultados de um ensaio e/ou calibração não estiverem em conformidade com os seus próprios procedimentos ou com os requisitos acordados com o cliente , o laboratório deve ter uma política que:

- a) Sejam designadas responsabilidades e autoridades no gerenciamento do trabalho não conforme e sejam definidas e tomadas ações;
- b) Seja feita uma avaliação do trabalho não-conforme;
- c) Seja efetuada imediatamente a correção e a decisão sobre a aceitação do trabalho não-conforme;
- d) Se necessário, o cliente seja notificado e o trabalho cancelado;
- e) Seja definida a responsabilidade pela autorização da retomada do trabalho.

4.9.2 Os procedimentos de ação corretiva dados em 4.11 devem ser seguidos onde a avaliação indicar que o trabalho não-conforme pode se repetir ou existir dúvida sobre a conformidade das operações do laboratório.

4.10-Melhoria

O laboratório deve aprimorar a eficácia do seu sistema de gestão por meio da política da qualidade, objetivos da qualidade, resultados de auditorias, análise de dados, ações corretivas e preventivas.

4.11-Ação corretiva

4.11.1 Generalidades

Atribuições do laboratório:

Ter uma política, procedimento e designar autoridades apropriadas para colocar ações corretivas quando forem identificados trabalhos não-conformes ou desvio de procedimentos no sistema de gestão ou nas operações técnicas.

4.1.2 Análise de causas

A ação corretiva deve iniciar com uma investigação para a determinação da *causa raiz* do problema. Frequentemente a *causa raiz* não é óbvia e é necessário uma análise cuidadosa de todas as causas potenciais do problema, que poderá estar entre os requisitos do cliente, na amostra, na especificação da amostra, nos métodos e procedimentos, na habilidade e treinamento do pessoal, no material de consumo ou equipamento e sua calibração.

4.11.3 Seleção e implementação de ações corretivas

Quando for necessária uma ação corretiva identificá-la; e implementá-la, para eliminar o problema e prevenir sua reincidência.

A ação corretiva deverá ser documentada.

Para que as ações corretivas tomadas sejam eficazes deverão ser monitorados os resultados.

4.11.4 Monitoramento de ações corretivas

O laboratório deve monitorar os resultados para garantir que as ações corretivas sejam eficazes.

4.11.5 Auditorias adicionais

O laboratório deve garantir que as áreas de atividade apropriadas sejam auditadas de acordo com 4.14, onde for identificada não conformidade ou desvios, e que poderá causar dúvidas sobre a conformidade do laboratório.

4.12-Ação preventiva

4.12.1 As melhorias necessárias deverão ser identificadas bem como suas potenciais fontes de não-conformidade, quer técnica ou do sistema de gestão.

4.12.2 As ações preventivas devem incluir o início de tais ações e a aplicação de controle para garantir a eficácia de tal ação.

4.13-Controle de registros

Atribuições do laboratório :

4.13.1 Generalidades

4.13.1.1 Manter e estabelecer procedimentos para identificar, coletar, indexar, acessar, arquivar, armazenar, manter e dispor registros técnicos e da qualidade. Os registros da qualidade devem incluir relatórios de auditoria interna e de análise críticas pela direção, assim como registros de ações corretivas e preventivas.

4.13.1.2 Todos os registros devem ser legíveis e bem armazenados e preservados de tal forma que possam ser prontamente recuperados. O tempo de retenção dos registros deve ser estabelecido, e registros podem estar em qualquer meio, papel ou eletrônico.

4.13.1.3 Todos os registros devem ser mantidos seguros e com confidencialidade.

4.13.1.4 Proteger e fazer cópia de segurança dos registros armazenados eletronicamente assim como prevenir o acesso ou emendas não autorizadas nesses registros.

4.13.2 Registros Técnicos

4.13.2.1 Preservar por um período definido, os registros das observações originais dados derivados e informações suficientes para estabelecer uma linha de auditoria, registros de calibração, registros do pessoal e uma cópia de cada relatório de ensaio ou certificado de calibração emitido.

Os registros de cada ensaio ou calibração devem conter informações suficientes para facilitar a identificação de fatores que afetem a incerteza e possibilitar que o ensaio ou calibração seja repetido em condições o mais próximo possível das condições originais.

Os registros devem incluir a identificação dos responsáveis pela amostragem, pela realização de cada ensaio e pela conferência dos resultados.

4.13.2.2 Observações, dados e cálculos devem ser registrados no momento em que são realizados e devem ser identificáveis à tarefa específica a que se referem.

4.13.2.3 Quando ocorrem erros nos registros , cada erro deve ser riscado, não devendo ser apagado, tornado ilegível ou eliminado. O valor correto deve ser colocado ao lado. Todas as alterações em registros devem ser assinadas ou rubricadas pela pessoa que fizer a correção.

Se armazenado eletronicamente devem ser tomadas medidas equivalentes, para evitar perda ou alteração do dado original.

4.14- Auditorias internas

Atribuições do laboratório :

4.14.1 Periodicamente realizar auditorias internas das suas atividades para verificar se suas operações continuam a atender os requisitos do sistema de gestão e desta Norma. O sistema de auditoria interna deve cobrir todos os elementos do sistema de gestão.

A auditoria é responsabilidade do Gerente da Qualidade e deve ser realizada por pessoal treinado e qualificado, que seja independente da atividade a ser auditada, preferencialmente.

4.14.2 Tomar ações corretivas em tempo hábil quando a auditoria lançar dúvida quanto à eficácia das operações ou validade dos ensaios ou calibrações, inclusive notificando os clientes, por escrito.

4.14.3 Registrar a área de atividade auditada, as constatações e ações corretivas, se houver.

4.14.4 Verificar e registrar a implementação das ações corretivas tomadas pelas atividades de acompanhamento da auditoria.

4.15-Análise crítica pela direção

4.15.1 A Alta direção do laboratório deve realizar periodicamente uma análise crítica do sistema de gestão e das atividades de ensaio e/ ou calibração, para assegurar sua contínua adequação e eficácia e para introduzir mudanças ou melhorias necessárias. A análise crítica deve considerar:

- adequação das políticas e procedimentos;
- relatórios de pessoal gerencial de supervisão;
- resultado de auditorias internas recentes;
- ações corretivas e preventivas;
- avaliações realizadas por organizações externas;
- resultados de comparações interlaboratoriais ou ensaios de proficiência;
- mudanças do volume e do tipo de trabalho;
- realimentação de clientes;
- reclamações;
- recomendações para melhoria;
- outros fatores relevantes tais como: atividades de controle de qualidade, recursos e treinamento de pessoal.

4.15.2 As constatações da análise crítica pela direção, e as ações dela decorrentes, devem ser registradas.

A direção deve garantir que essas ações sejam realizadas dentro de um prazo adequado e previamente combinado.

5- Requisitos Técnicos

5.1- Generalidades

Vários fatores determinam a correção e a confiabilidade dos ensaios e/ou calibrações realizadas pelo laboratório.

Esses fatores incluem:

5.2-Fatores humanos-Pessoal

5.2.1 A direção do laboratório deve assegurar a competência de todos que operam equipamentos específicos, realizam ensaios e ou calibrações, avaliam resultados e assinam relatórios de ensaio e certificados de calibração. Esse pessoal que realiza tarefas específicas deve ser qualificado com base na formação, treinamento, experiência apropriada e/ou habilidades demonstradas, conforme requerido.

5.2.2 Estabelecer as metas referentes à formação, treinamento e habilidades do pessoal do laboratório. Quando identificado necessidade de treinamento, proporcioná-las ao pessoal. Esse treinamento deve ser adequado às tarefas do laboratório, atuais e previstas.

5.2.3 Utilizar pessoal que seja empregado e contratado por ele. Caso seja contratado adicional supervisioná-lo e determinar que trabalhem de acordo com o sistema de gestão do laboratório.

5.2.4 Manter descrições das funções atuais do pessoal gerencial, técnico e pessoal-chave de apoio envolvidos em ensaios e ou calibrações.

Nesta descrição de função definir as responsabilidades de:

- realizar os ensaios;
- planejar e avaliar os resultados;
- relatar as opiniões e interpretações;
- modificar métodos, desenvolver e validar novos métodos.
- quando necessário a direção autorizará pessoal específico para fazer amostragem, ensaios , emitir relatórios de ensaio e certificados de calibrações.

- emitir opiniões e interpretações e operar tipos particulares de equipamento.

5.2.5 Manter o registro e a autorização, competência e qualificação profissional e educacional, treinamento e experiência relevantes de todo o pessoal técnico, incluindo o pessoal contratado. Esta informação deve estar prontamente disponível e deve incluir a data na qual a autorização e ou competência foi confirmada.

5.3- Acomodações e condições ambientais

Atribuições do laboratório:

5.3.1 Instalações incluindo fontes de energia, iluminação e condições ambientais de forma a facilitar a realização correta dos ensaios e ou calibrações:

-assegurar que as condições ambientais não invalidem os resultados ou afetem a qualidade requerida da medição. Cuidado especial deverá ser tomado quando a amostragem e/ou ensaio for realizado fora das instalações permanentes do laboratório. Documentar essa ação.

5.3.2 Monitorar, controlar e registrar as condições ambientais conforme especificação, método e procedimento pertinente, atenção deve se dada: poeira, distúrbios eletromagnéticos, radiação, umidade, alimentação elétrica, temperatura. Os ensaios deverão ser interrompidos quando as condições ambientais afetarem os resultados.

5.3.3 *Separar efetivamente áreas vizinhas nas quais existam atividades incompatíveis. Cuidar da contaminação cruzada.*

5.3.4 Controlar o acesso e o uso de áreas que afetem a qualidade do ensaio.

5.4.5 Manter e assegurar a limpeza e a arrumação.

5.4-Métodos de ensaio e calibração e validação de métodos.

5.4.1 Generalidades

Atribuições do laboratório :

Utilizar métodos e procedimentos apropriados para todos os ensaios dentro do seu escopo. Isto inclui: amostragem, manuseio, transporte, armazenamento e preparação dos itens a serem ensaiados;

Estimar a incerteza de medição, onde apropriado;

Analisar estatisticamente os dados de ensaio e ou/calibração;

Ter instruções sobre uso e operação dos equipamentos pertinentes;

Ter Instruções sobre o manuseio e preparação dos itens para ensaio e calibração;

Manter atualizados e disponíveis para todo o pessoal, as instruções, normas manuais e dados de referência aplicáveis ao laboratório.

Desvios de métodos de ensaio e /ou calibração somente devem ocorrer se esses desvios estiverem documentados e justificados e autorizados e aceitos pelo cliente.

NOTA: Normas internacionais, regionais ou nacionais, ou outras especificações reconhecidas que contenham informações suficientes, concisas sobre como realizar os ensaios e/ ou calibrações, não precisam ser complementadas ou re-escritas como procedimento interno, desde que estas normas estejam escritas da forma que possam ser usadas, pelo pessoal do laboratório, conforme publicadas.

Se necessário, prover uma documentação adicional para passos opcionais do método ou detalhes complementares.

5.4.2 Seleção de métodos

Atribuições do laboratório :

Utilizar métodos de ensaio e ou calibração, incluindo métodos para amostragem, que atendam as necessidades do cliente e apropriado para o ensaio que realiza;

Preferencialmente utilizar métodos publicados em normas internacionais, regionais, ou nacionais assegurando que se está utilizando da última edição válida de uma norma, a não ser que isto não seja apropriado ou possível;

Se necessário, suplementar a norma com detalhes adicionais para aplicação consistente da mesma.

Se o cliente não especificar o método a ser utilizado:

Selecionar método apropriado que tenha sido publicado em normas internacionais, regionais ou nacionais, ou por organizações técnicas respeitáveis, em textos ou jornais científicos e especificados pelo fabricante do equipamento. Poderá também ser utilizado método desenvolvido ou adotado pelo laboratório se forem apropriados e estiverem validados.

Informar ao cliente sobre o método escolhido.

Confirmar se tem condições de operar adequadamente métodos normalizados, antes de implantar os ensaios. Se o método normalizado mudar, confirmar com repetição do método.

5.4.3 Métodos desenvolvidos pelo laboratório

A introdução de métodos desenvolvidos pelo laboratório para uso próprio deve ser uma atividade planejada e designada a pessoal qualificado e equipado com recursos adequados. Os planos devem ser atualizados à medida que se prossegue o desenvolvimento do método e deve ser assegurada a comunicação entre o pessoal envolvido.

5.4.4 Métodos não normalizados

Poderá ser empregado método não normalizado. O cliente deve estar de acordo e deverá ser incluído uma especificação clara dos requisitos do cliente e a finalidade do ensaio e sua calibração. Antes de utilizar validar o método.

NOTA- as seguintes informações deverão constar nos procedimentos de novos métodos:

- Identificação adequada;
- escopo;
- descrição do tipo de item a ser ensaiado e/ ou calibrado;
- parâmetros ou grandezas e faixas a serem determinadas;
- aparato e equipamento, incluindo requisitos de desempenho técnico;
- padrões de referência e materiais de referência requeridos;
- condições ambientais requeridas e qualquer período de estabilização necessário;
- descrição do procedimento incluindo:

fixação de marcas de identificação, manuseio, transporte, armazenamento e preparação dos itens.

Antes do início do trabalho, verificar:

- funcionamento apropriado do equipamento;
- método de registro das observações e resultados;
- quaisquer medidas de segurança a serem observadas ;
- critério e/ou requisitos para aprovação e ou/ rejeição;
- dados a serem registrados , método de análise e apresentação;
- incerteza ou procedimento para estimativa da incerteza.

5.4.5 Validação de métodos

Demonstrar a qualidade de medições químicas, através de sua comparabilidade, rastreabilidade e confiabilidade é exigência crucial, já que dados analíticos não confiáveis podem levar o analista a tomar decisões errôneas com prejuízos irreparáveis. Para garantir que um novo método analítico gere informações confiáveis e interpretáveis sobre a amostra, ele deve passar pelo processo de validação. A validação de um método é um processo contínuo que inicia no planejamento da estratégia analítica e continua ao longo do seu desenvolvimento.

5.4.5.1 Validação é a confirmação por exame e fornecimento de evidência objetiva de que são atendidos os requisitos específicos para um determinado uso pretendido.

5.4.5.2 Com objetivo de confirmar que os métodos são apropriados para o uso pretendido, o laboratório deve validar os métodos não normalizados, métodos criados/desenvolvidos pelo próprio laboratório, métodos normalizados usados fora dos escopos para os quais foi concebido , ampliações e modificações de métodos normalizados. A validação deverá ser abrangente para atender às necessidades de uma determinada aplicação ou área de aplicação.

Os resultados obtidos para o procedimento de validação deverão ser registrados e uma declaração de que o método é ou não adequado para o uso

pretendido.

NOTAS

1-A validação pode incluir procedimentos para amostragem, manuseio e transporte.

2-O desempenho do método poderá ser determinado por uma ou combinação destas:

-calibração com o uso de padrões de referência;

-comparação com resultados obtidos por outros métodos;

-comparação interlaboratorial;

-avaliação sistemática dos fatores que influenciam o resultado;

-avaliação da incerteza dos resultados com base no conhecimento científico dos princípios teóricos do método e na experiência prática;

3-Quando forem feitas algumas mudanças em métodos não normalizados, já validados, convém que a influência de tais mudanças seja documentada, e se necessário seja realizada nova validação.

5.4.5.3 A faixa de exatidão dos valores que podem ser obtidos por meio de métodos validados- por exemplo: incerteza dos resultados, limites de detecção, seletividade, linearidade, limite de repetitividade e/ou reprodutibilidade, robustez contra influências externas e/ou sensibilidade cruzada contra interferência da matriz da amostra- objeto do ensaio, conformes avaliadas para uso pretendido, devem ser pertinentes às necessidades dos clientes.

NOTAS

1-A validação inclui a especificação dos requisitos, determinação das características dos métodos, uma verificação de que os requisitos podem ser atendidos com o uso do método e uma declaração sobre a validade;

2-À medida que se prossegue com o desenvolvimento do método, convém que seja realizada análise crítica para verificar se as necessidades do cliente ainda

estão sendo satisfeitas. Quaisquer mudanças nos requisitos que ocasionem modificação no plano de desenvolvimento, convém que sejam aprovadas e autorizadas;

3-A validação é sempre um equilíbrio entre custos, riscos e possibilidades técnicas.

5.4.6 Estimativa da incerteza de medição

5.4.6.1 Um laboratório de ensaio que realiza suas próprias calibrações deve ter e deve aplicar um procedimento para estimar a incerteza de medição de todas as calibrações.

5.4.6.2 Os laboratórios de ensaio devem ter e devem aplicar procedimentos para a estimativa das incertezas de medição, e deve garantir que a forma de relatar o resultado não dê uma impressão errada da incerteza.

A estimativa razoável deve estar baseada no conhecimento do desempenho do método e no escopo da medição e da incerteza, e deve fazer uso , por exemplo. De experiência e de dados de validação anteriores.

O grau de rigor necessário para uma estimativa da incerteza de medição depende de fatores como:

-requisitos do método de ensaio;

-requisitos do cliente;

-existência de limites estreitos nos quais são baseadas as decisões sobre a conformidade a uma especificação.

5.4.6.3 As fontes que contribuem para a incerteza incluem, mas não são necessariamente limitadas aos padrões de referência e materiais de referência utilizados, métodos e equipamentos usados, condições ambientais, propriedades e condição do item ensaiado e o operador.

5.4.7 Controle de dados

5.4.7.1 Verificar sistematicamente os cálculos e a transferência dados.

5.4.7.2 Se forem utilizados computadores ou equipamentos automatizados para aquisição, processamento, registro, relato, armazenamento ou recuperação de dados de ensaio ou calibração, o laboratório deve assegurar que:

O software desenvolvido pelo usuário esteja documentado em detalhes suficientes e validados e adequados para o uso;

Sejam implementados procedimentos para a proteção de dados: tais procedimentos deve incluir integridade e confidencialidade da entrada ou coleta,

Armazenamento, transmissão e processamento de dados;

Os computadores e equipamentos automatizados sejam conservados, de forma a assegurar o funcionamento adequado e estejam em condições ambientais e operacionais necessárias.

5.5- Equipamentos

5.5.1 O laboratório deve ser aparelhado com todos os equipamentos para amostragem, medição e ensaio requeridos para o desempenho correto dos ensaios, incluindo a amostragem e itens de preparação do ensaio.

5.5.2 Os equipamentos e seus softwares usados para o ensaio, calibração e amostragem devem ser capazes de alcançar a exatidão requerida e devem atender às especificações pertinentes ao ensaio em questão.

5.5.3 Os equipamentos devem ser operados por pessoal autorizado. Instruções atualizadas sobre o uso e manutenção do equipamento devem estar disponíveis para o uso.

5.5.4 Cada item do equipamento e seu software usado deve ser identificado.

5.5.5 Devem ser mantidos registros de cada item do equipamento e seu software que sejam significativos para o ensaio. Os registros devem incluir pelo menos:

- a) nome do item do equipamento e seu software;
- b) nome do fabricante, identificação do modelo, número de série
- c) verificações de que o equipamento atende às especificações;
- d) localização atual, onde apropriado;
- e) instruções do fabricante;
- f) datas, resultados e cópias de relatórios e certificados de todas as calibrações, ajustes, critérios de aceitação e a data da próxima calibração;
- g) plano de manutenção e manutenção realizadas;
- h) quaisquer danos ou modificações ou reparos no equipamento.

5.5.6 Deve ter procedimentos para efetuar em segurança o manuseio, transporte, armazenamento, uso e manutenção planejada dos equipamentos de medição para assegurar seu correto funcionamento.

Nota- se o equipamento de medição for usado fora das instalações permanentes do laboratório, podem ser necessários procedimentos adicionais.

5.5.7 Se um equipamento por qualquer motivo (sobrecarga, manuseio incorreto, etc) produza resultados suspeitos deverá ser retirado de serviço, sendo isolado e prevenir a sua utilização, ou ser claramente etiquetado como fora de serviço. O laboratório deverá colocar em prática o procedimento para “controle de trabalho não conforme”. (ver. 4.9);

5.5.8 Sempre que necessário, todo equipamento sob controle do laboratório que necessitar de calibração deverá ser etiquetado ou identificado de alguma maneira

para indicar a situação de calibração, incluindo a data da última calibração e a data ou critério de vencimento da calibração;

5.5.9 Se o equipamento, por qualquer razão sair do controle do laboratório. Este deve assegurar o funcionamento e calibração do equipamento;

5.5.10 Quando for necessário verificação intermediária para a manutenção da confiança na situação de calibração do equipamento, estas verificações devem ser realizadas de acordo com procedimento definido;

5.5.11 Assegurar que as cópias de software seja atualizadas;

5.5.12 O equipamento de ensaio e ou calibração incluindo hardware e software, deve estar protegido contra ajustes que invalidariam os resultados de ensaios e/ ou calibrações.

5.6- Rastreabilidade de medição

5.6.1 Generalidades

Todo equipamento utilizado em ensaio e ou/ calibração incluindo equipamentos para medições auxiliares, que tenha efeito significativo sobre a exatidão ou validade do resultado do ensaio, deverá ser calibrado antes de entrar em serviço. Deverá ser estabelecido um programa e procedimento para a acalibração dos seus equipamentos.

Nota- Convém que esse programa inclua também os materiais de referência usados como padrões e do equipamento de medição e ensaio usado para realizar os ensaios.

5.6.2 Requisitos específicos

5.6.2.1 Calibração

5.6.2.1.1 usados exclusivamente para laboratórios de calibração.

A calibração dos equipamentos deverá ser projetado e operado de forma que assegure que as calibrações e medições feitas pelo laboratório sejam rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI).

5.6.2.2 Ensaios

5.6.2.2.1 os requisitos aplicam-se a equipamentos de medição e ensaio utilizados com funções de medição;

5.6.2.2.2 Onde a rastreabilidade das medições às unidades SI não for possível/ou não for pertinente, os mesmos requisitos como por exemplo materiais de referência certificados, métodos e/ ou padrões consensados são requerido.

5.6.6 Padrões de referência e materiais de referência

5.6.3.1 Padrões de referência

O laboratório deve ter um procedimento para a calibração dos seus padrões de referência, que deverão ser calibrados por um organismo que possa prover rastreabilidade.

5.6.3.2 Materiais de referência

Sempre que possível deverão ser rastreáveis às unidades de medida SI ou a

materiais de referência certificados.

5.6.3.4 Transporte e armazenamento

O laboratório deve ter procedimentos para efetuar com segurança o manuseio, transporte, armazenamento e uso dos padrões e materiais de referência prevenindo contra contaminação ou deterioração e proteger sua integridade.

5.7 Amostragem

Atribuições do laboratório

5.7.1 Plano e procedimento para amostragem que deverão estar disponíveis no local onde a amostragem é realizada, e sempre que possível ser baseados em métodos estatísticos apropriados. Deverá abranger fatores a serem controlados, de forma a assegurar a validade dos resultados de ensaio e calibração.

NOTA- Amostragem é um processo definido, onde uma parte de uma substância ou material ou produto é retirado para produzir uma amostra representativa do todo, para o ensaio. Em alguns casos (análise forense) a amostra pode não ser representativa, mas determinada pela disponibilidade.

Os procedimentos de amostragem deverão descrever a seleção e plano de amostragem, a retirada e a preparação de uma amostra para produzir a informação desejada.

5.7.2 Caso o cliente solicite, desvios, adições ou exclusões do procedimento de amostragem documentado, estas modificações devem ser registrados em detalhes com os dados de amostragem apropriados, e devem ser incluídos em todos os documentos que contenham resultados de ensaio.

5.7.3 O laboratório deve ter procedimentos para registrar os dados e as operações relevantes relacionadas a amostragem. Estes registros devem incluir o procedimento de amostragem usado, a identificação do amostrador, condições

ambientais, local da amostragem, etc.

5.8- Manuseio dos itens de ensaio e calibração

Atribuições do laboratório:

5.8.1 Procedimentos para transporte, recebimento, manuseio, proteção, armazenamento, retenção e/ou remoção dos itens de ensaio e/ou calibração.

Inclue-se as providências necessárias para a proteção da integridade do ensaio e proteção dos interesses do laboratório e do cliente;

5.8.2 Sistema para identificação de itens de ensaio e/ou calibração, que deverá ser mantida durante a permanência do item no laboratório; esse sistema deve ser projetado de forma a assegurar que os itens não sejam confundidos fisicamente, nem quando citados em registros ou outros documentos;

5.8.3 No recebimento do item de ensaio deve ser registrada qualquer anormalidade ou desvio da condição normal ou especificada. Se este item não estiver em conformidade conforme descrito no método, consultar o cliente para instruções adicionais antes de prosseguir. Registrar a discussão;

5.8.4 Ter procedimentos e instalações adequadas para evitar deterioração, perda ou dano no item de ensaio, durante o armazenamento, manuseio e preparação. Se o item a ser ensaiado, tiver que ser acondicionado em condições ambientais específicas, estas deverão ser monitoradas e registradas, ou se o item a ser ensaiado tiver que ser mantido em segurança, deverá ter meios de armazenamento e segurança que protejam a condição e integridade do item;

Nota 1- O responsável pela retirada e transporte da amostra deverá ser orientado com procedimento de amostragem, armazenamento e transporte, incluindo fatores que influenciam no resultado do ensaio;

Nota 2- Razões para manter um item de ensaio seguro, pode ser razões de

registro, segurança ou valor, visando ensaios complementares.

5.9-Garantia da qualidade de resultados de ensaio e calibração

Atribuições do laboratório:

5.9.1 Procedimentos de controle de qualidade para monitorar a validade dos ensaios realizados. Os dados resultantes devem ser registrados de forma que as tendências sejam detectáveis, e se necessário devem ser aplicadas técnicas estatísticas para análise crítica dos resultados. Esse monitoramento deve ser planejado e pode incluir:

- a) uso regular de materiais de referência certificados;
- b) participação em programas de comparação interlaboratorial ou de ensaios de proficiência;
- c) ensaios ou calibrações replicadas, utilizando-se os mesmos métodos ou métodos diferentes;
- d) re-ensaio ou recalibração de itens retidos;
- e) correlação de resultados de características diferentes de um item.

5.10- Apresentação de resultados

5.10.1 Generalidades

Os resultados de cada ensaio ou calibração, devem ser relatados com exatidão, clareza, objetividade, sem ambigüidade e de acordo com quaisquer instruções específicas nos métodos de ensaio e ou calibração;

Devem ser relatados normalmente num relatório de ensaio ou num certificado de calibração (ver nota 1) e devem incluir toda a informação solicitada pelo cliente e requerida pelo método, necessária a interpretação dos resultados do ensaio.

NOTAS

1-Relatórios de ensaio e certificados de calibração são alguma vezes denominados, respectivamente, certificados de ensaios e relatórios de calibração;

2-O relatórios de ensaio ou certificados de calibração, podem ser emitidos como impressos em papel ou por transferência eletrônica de dados, desde que sejam atendidos os requisitos desta Norma.

5.10.2 Relatórios de ensaio e certificados de calibração

Cada relatório de ensaio ou calibração deve incluir, pelo menos as seguintes informações:

- a) Título (por exemplo” Relatório de ensaio” ou “Certificado de calibração”)
- b) nome e endereço do laboratório e o local onde os ensaios foram realizados, se diferentes do endereço do laboratório;
- c) identificação unívoca do relatório de ensaio ou certificado de calibração (tal como número de série) e em cada página uma identificação que assegure que a página seja reconhecida como uma parte do relatório de ensaio ou do certificado de calibração, e uma clara identificação do final do relatório de ensaio ou certificado de calibração;
- d) nome e endereço do cliente;
- e) identificação do método utilizado;
- f) uma descrição, condição e identificação não ambígua do item(s)s ensaio(s) ou calibrado (s);
- g) data do recebimento do(s) item(s) de ensaio ou de calibração, quando isso for crítico para a validade e aplicação dos resultados, e a(s) data(s) da realização do ensaio ou calibração;
- h) referência ao plano e procedimentos de amostragem utilizados pelo laboratório ou por outros organismos quando pertinentes para validade ou aplicação dos resultados;
- i) resultados do ensaio ou calibração com unidades de medida, se apropriado;
- j) nome(s), função(ões) e assinatura(s) ou identificação equivalente da

pessoas(s) autorizada(s) para emissão do relatório de ensaio ou do certificado de calibração;

k) declaração de que os resultados se referem somente ao itens ensaiados ou calibrados, se pertinente.

NOTAS:

1-Os relatórios de ensaio e os certificados de calibração impressos deverão incluir o número da página e o total de páginas;

2-Incluir uma declaração especificando que o relatório de ensaio ou o certificado de calibração só deve ser reproduzido completo.

Reprodução parcial requer aprovação escrita do laboratório.

5.10.3 Relatórios de ensaio

5.10.3.1 Em adição aos requisitos listados em 5.10.2, os relatórios de ensaio devem, se necessário para a interpretação dos resultados de ensaio, incluir:

a) Desvios, adições ou exclusões do método de ensaio e informações sobre condições específicas, tais como condições ambientais;

b) onde necessário, uma declaração de conformidade / não conformidade aos requisitos e/ou especificações;

c) se aplicável, uma declaração sobre a incerteza estimada da medição; a informação sobre a incerteza nos relatórios de ensaio é necessária quando ela for relevante para a validade ou aplicação dos resultados do ensaio, quando requerida na instrução do cliente ou quando a incerteza afeta a conformidade com um limite de especificação;

d) se apropriado e necessário, opiniões e interpretações (ver 5);

e) informações adicionais que podem ser requeridas por métodos específicos, por clientes ou grupos de clientes.

5.10.3.2 Em adição ao requisitos listados em 5.10.2 e 5.10.3.1, os relatórios de ensaio que contêm resultados de amostragem, se necessário para interpretação dos resultados de ensaio, devem incluir o seguinte:

- a)** data de amostragem;
- b)** identificação sem ambigüidade da substância, material ou produto amostrado (incluindo o nome do fabricante, o modelo, ou tipo de designação e números de série, conforme apropriado);
- c)** o local da amostragem, incluindo diagramas, esboços ou fotografia;
- d)** uma referência ao plano e procedimentos de amostragem utilizados;
- e)** detalhes das condições ambientais durante a amostragem que possam afetar a interpretação dos resultados do ensaio;
- f)** qualquer norma ou outra especificação para o método ou procedimento de amostragem, bem como desvios, adições, exclusões da especificação em questão.

5.10.4 Certificados de calibração

5.10.4.1 Em adição aos requisitos listados em 5.10.2, os certificados de calibração, onde necessário para a interpretação dos resultados da calibração, devem incluir o seguinte:

- a)** as condições (por exemplo: ambientais) sob as quais a calibração foi feita, que tenha influência sobre os resultados da medição;
- b)** a incerteza de medição e/ou uma declaração de conformidade com uma especificação metrológica identificada ou seção desta;
- c)** evidência de que as edições são rastreáveis (ver Nota 2 de 5.6.2.1.1).

5.10.4.2 O certificado de calibração deve referir-se somente a grandeza e

a resultados de ensaios funcionais. Se for feita uma declaração de conformidade com uma especificação, ela deve identificar quais as seções da especificação que são ou não atendidas.

Quando for feita uma declaração de conformidade a uma especificação, omitindo-se os resultados da medição e as incertezas associadas, o laboratório deve registrar esses resultados e mantê-los para uma possível futura referência.

Quando forem feitas declaração de conformidade, a incerteza de medição deve ser considerada.

5.10.4.3 Quando um instrumento de calibração for ajustado ou reparado, devem ser relatados os resultados das calibrações realizadas antes e depois do ajuste ou reparo, se disponível.

5.10.4.4 Um certificado de calibração (ou etiqueta de calibração) não deve conter qualquer recomendação sobre o intervalo de calibração, exceto se acordado com o cliente. Este requisito pode ser cancelado por regulamentações legais.

5.10.5-Opiniões e interpretações

Quando são incluídas opiniões e interpretações, o laboratório deve documentar as bases nas quais as opiniões e interpretações foram feitas. As opiniões e interpretações devem ser claramente destacadas como tais no relatório de ensaio.

5.10.6-Resultados de ensaio e calibração obtidos de subcontratados

Quando o relatório de ensaio contiver resultados de ensaios realizados por subcontratados, estes resultados devem estar claramente identificados. O subcontratado deve relatar os resultados por escrito ou eletronicamente.

3-CONCLUSÃO

No Relatório parcial do produto 1 , esta consultora realizou:

1-explanação entre as metodologias de análise de PCBs em óleo isolante utilizadas pelos diversos laboratórios que realizam esta análise;

2-explanação detalhada do que consiste uma validação de metodologia (etapa crucial e mais importante na implantação da ABNT NBR ISOIEC 17025:2005;

3-Fez uma referência à NBR 8840, que é a Norma adotada para a amostragem de líquidos isolantes em equipamentos elétricos;

4-Sugeriu alguns modelos de etiqueta (TAG) que poderão ser utilizadas em todas as etapas da disposição ambientalmente saudável dos PCBs, inclusive o transporte;

No Relatório parcial do produto 2 , esta consultora realizou:

1-Levantamento dos laboratórios que executam análise de PCBs, especificamente em líquidos isolantes;

2-Visitou “in loco” todos os laboratórios que executam tais análises ; e como já comentado no referido relatório parcial: os técnicos na sua maioria desconhecem as “Boas Práticas Analíticas”, o que vem contribuindo para gerar resultados extremamente diferentes uns dos outros, quando comparada a mesma amostra nos laboratórios. São inseridos erros primários, quando se prepara os padrões analíticos que gerarão a curva analítica, como por exemplo, os laboratórios não possuem a planilha de cálculo que darão origem à construção da curva analítica tornando-a sem rastreabilidade caso seja necessário localizar algum erro. Houve laboratório que encontrei padrão analítico preparado em solvente orgânico, exposto sobre a bancada de trabalho, a temperatura ambiente, quando o correto é acondicionar estes padrões à uma temperatura de quinze graus negativos.

Amostras de óleo isolante com teores de 140,0 mg/kg e 28,0 mg/kg me acompanharam nas visitas com o objetivo de acompanhar cada laboratório com sua rotina analítica e suas modificações.

Somente dois laboratórios executam a NBR 13882 na íntegra, quer esteja esta referida Norma correta ou não.

Cada laboratório fez sua alteração, mas o mais agravante, que nunca se testou com uma **Recuperação** a metodologia modificada; Isso é gravíssimo quando se espera resultados da ordem de partes por milhão (ppm). Qualquer erro, por menor que seja, é extremamente significativo o que provavelmente comprova a grande incidência de resultados divergentes entre os laboratórios.

Há um completo desconhecimento de química analítica, da cromatografia de coluna (SPE), da cromatografia gasosa e especificamente do detector por captura de elétrons. O detector por captura de elétrons (ECD) é um dos detectores mais sensíveis entre todos os detectores atualmente utilizados o que lhe confere uma alta especificidade, sendo possível com a sua utilização a detecção de 10^{12} a 10^{14} g de espécies eletroafins. Em contrapartida é um detector extremamente sensível às condições de análise e necessita de cuidados especiais durante sua operação. Possui uma linearidade dinâmica relativamente pequena (cerca de 10^3 g), o que em alguns casos, constitui um problema para análises quantitativas. Para a verificação da consistência dos dados obtidos é recomendável o levantamento de uma curva área versus massa injetada para o analito de interesse, aqui representado pelos PCBs (**linearidade do detector**).

Por esse motivo, amostras com alto teor, 140,0 mg/kg, quando da nosso acompanhamento deram resultados divergentes; na realidade esse teor elevado, na maioria dos laboratórios estava acima da faixa linear de resposta do detector usado, e o procedimento analítico que deveria ser adotado é a diluição do extrato até que a concentração do mesmo se enquadre na faixa linear de resposta do detector. Somente em dois laboratórios esse procedimento é adotado.

No que diz respeito a vidraria utilizada na análise de resíduos, ela deverá estar isenta de impurezas, as quais pode interferir na análise e também diminuir a vida útil da coluna e do detector. Também não há controle nos frascos de coleta, e em muitos laboratórios eles são reutilizados sem nenhum critério de lavagem e a verificação de contaminação pelos próprios PCBs.

Neste relatório final exponho duas medidas a serem adotadas por esta consultora:

Como membro integrante da força tarefa do COBEi que tem o compromisso de revisar a NBR 13882:2008, como já relatei no item 3 deste relatório, a Empresa Sigma Aldrich estará disponibilizando neste ano de 2012-15

unidades do SPE “sulfóxido”, para o desenvolvimento da purificação que esta consultora desenvolverá em substituição a atual purificação feita com SPE-Florisil.

Numa segunda etapa esta força tarefa estará discutindo e propondo um novo “Modelo de Quantificação”, onde testaremos a substituição do Padrão de Aroclor solubilizado em solvente orgânico pela solubilização em óleo isolante o que minimizaria o “Efeito Matriz”.

Com essas modificações alinhadas, minha sugestão é que a NBR 13882, seja a Norma Brasileira adotada para análise de PCBs em líquidos isolantes, sem a necessidade de trocar pela complexa IEC 61619, atrelados não só a legislação como também as Normas de amostragem.

Também deve ser realizado o mais breve possível, na ordem cronológica tal qual escrito:

1 - Curso de Boas Práticas de Laboratório, voltado especificamente para análises de PCBs em óleos isolantes, onde todas as etapas em desacordo com as BPL serão devidamente ensinadas. Isto tem a finalidade de reduzir ao máximo os erros de análise advindos de práticas que desconsideram alguns princípios básicos da Química Analítica e de Análise Instrumental.

2-Segunda rodada de visitação aos mesmos laboratórios descritos no Produto 2 para as seguintes averiguações:

De resultados de análise com padrões de PCBs em diferentes concentrações, bem como do acompanhamento dos procedimentos analíticos-BPL (Boas Práticas de Laboratório), objetivando verificação se os referidos conceitos (mencionados no item 1 acima) foram incorporados à rotina dos laboratórios para os ensaios de PCBs.

3-Contratação de consultor especializado e credenciado pelo INMETRO para ministrar palestra sobre a implantação da ISO 17025, para participantes dos laboratórios do setor elétrico brasileiro e outros atores do projeto. Dessa maneira esse grupo poderá se preparar de forma adequada para essa certificação que é fundamental para os procedimentos de análise de PCBs em óleo isolantes, contribuindo para a gestão e disposição dos PCBs de maneira sustentável, tal qual proposto pelo projeto.

Ribeirão Preto, Fevereiro de 2012

4-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 01. ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 – Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração.**