

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

RELATORIO PARCIAL

PRODUTO 02

**Levantamento dos laboratórios capacitados para realizar análises de PCBs
em diferentes matrizes no Brasil**

Ribeirão Preto, novembro de 2011
JANETE APARECIDA DA SILVA
Consultor Técnico GT2
CONTRATO Nº2011/000206

Este trabalho, é continuidade do trabalho de Consultoria Legal que vem sendo realizado para o Ministério do Meio Ambiente, dentro do Projeto BRA/08/G 32 , tomando como base o Item 7 do Termo de Referência N°135563, relativo ao Contrato N°2011/000206. Pelo presente documento ora apresentado , o “Produto 2” relativo ao mesmo, como descrito abaixo, considera-se cumprido.

Produto 02- Relatório em formato eletrônico em Word e uma via impressa , em português, com o estudo realizado sobre as metodologia utilizadas no Brasil para análise de PCBs em diferentes matrizes, abordando os seguintes assuntos:

Levantamento dos laboratórios capacitados para realizar a análise de PCBs em diferentes matrizes,no Brasil.

Descrição detalhada das atividades destes laboratórios para as análises de PCBs nas diferentes matrizes, como: capacidade instalada de equipamentos, modelos de equipamentos, quantidades de amostras processadas anualmente, tempo de elaboração de resultado final de análise, capacitação profissional da equipe de analistas, custos de análise (atividade 4).

Tendo em vista que o maior contingente de “PCBs” está sabidamente no setor elétrico, esta consultora visitou “in loco” todos os laboratórios que fazem PCBs no isolante elétrico, a saber:

INTRODUÇÃO

Estado do Pernambuco

Estes laboratórios ainda não tem a análise de PCBs implantada

CHESF -Companhia Hidro Elétrica do São Francisco

Contato : Djalma Gomes da Silva Jr.

Email: dgomes@chesf.gov.br

SM Controle de Qualidade LTDA

Contato: Suzana Martorelli

Email: sm-controle@uol.com.br

Estado do Rio Grande do Sul

Data da Visita : 31.10.2011

Razão Social:Laboil Laboratório de Óleos Minerais

CNPJ: 93898161/0001—25

Rua Osvaldo Cruz

Nº 295

Bairro : Sete de Setembro

CEP:93900-000

Cidade : Ivoi

Estado:RS

Telefone: 51-3563-2033

Email: lab@laboil.com.br

Site: www.laboil.com.br

Fax:o mesmo

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não(x)

Responsável pelo Laboratório : Harri S.Breir

Nível de Ensino :Técnico em Química

Experiência como Químico : 25 anos

Experiência com análise de PCBs : 6 anos

Executor da Análise de PCBs : Marcelo Graeff

Nível de ensino :Técnico em Química

Análise físico química : sim (x) não()

Quantidade análise mês : 200 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs : (1)

Marca : Perkin Elmer

Modelo :Clarus 500

Coluna : OV5 **comprimento:**30 metros

Gás de arraste :Nitrogênio DCE

Método Analítico utilizado: NBR 13882 com modificação:

Pipetar 0,5 mL da amostra, diluir em 4,4 mL de hexano , purificar pelo SPE que foi condicionado com 2,5 mL de hexano.Lavar o balão com 4,4 mL de hexano e eluir no SPE sem deixar o cartucho secar.Completar o volume com n- hexano e agitar por 2 a 4 minutos.Injetar 1 µL no cromatógrafo.

SPE- Marca : Chromabond-Macherey Nagel

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : em Aroclor 1242;254;1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim(x) não ()

Qual? : Cigré(Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não ()

Solvente utilizado : Mallincrodt- grau resíduo

Padrão analítico

Marca : Chem Service

Concentração : 1000 mg/mL em solvente(x) em óleo()

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor : não determinada

Curva analítica

Construída com 6 pontos de injeção-injeção em triplicata de vials diferentes

Sem determinação da curva porque o DCE estava em manutenção.

Frequência da curva(construção) : recalibra diariamente com padrão “referência” que retira da própria curva analítica .

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

Ar condicionado : sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não(x)

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim() não(x)

Área de café separada : sim(x) não()

Sala de pesagem separada : sim(x) não()

Descarte de solvente(descrição) : colocado em frasco de descarte-enviado para incinerar , junto com os SPE, ponteira, luva,vials , tampa de vials .

Descarte de padrão analítico(descrição) : frasco de descarte que será enviado para incinerar .

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs

Acima de 50 ppm- devolve para o cliente

Abaixo de 50 ppm - vende para lubrificante

Abaixo de 20 ppm - vai para regeneração

Vidraria contaminada (frascos)-colocada de molho com extram alcalino depois enxaguada com água da torneira e por ultimo com água deionizada

Tem POP de lavagem da vidraria- algumas análises sim

Somente para PCBs que não.

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não (x)

Observação

O Laboratório tambem faz análise físico química, por conseguinte o manuseio das amostras é comum em todas as bancadas.

Existe uma bancada exclusiva para manusear amostras com PCBs,mas não está separada fisicamente.

Os padrões utilizados são certificados e estão devidamente acondicionados em freezer a 15 graus negativos

Amostra levada para o Laboil

Amostra 1 : Resultado esperado 140,0 mg/kg

Resultado encontrado: 58,9 ppm de Aroclor 1242/1254/1260.

Provavelmente o resultado obtido está fora da faixa linear de resposta do detetor.

Amostra 2 :Resultado esperado 28,0 mg/kg

Resultado encontrado: 20,8 mg/kg em ppm de Aroclor 1242/1254/1260.

Provavelmente um erro no volume de injeção, ou condições cromatográficas ainda não ideais já que o cromatógrafo passou por um conserto. Otimizar essa condições cromatográficas.

Estado de Santa Catarina

Data da Visita : 26.10.2011

Razão Social: Celesc Distribuição S.A

CNPJ:08.336.783.0001-90

Rodovia BR 101 KM 215

Bairro : Caminho Novo CEP:88132-300

Cidade : Palhoça Estado: SC

Telefone: 48-3279-3115 Fax:48-3279-3102

Email: alexandrerm@celesc.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços de comércio de óleos isolantes? sim () não (x)

O laboratório pertence a uma estatal de distribuição de energia elétrica.

Responsável pelo Laboratório : Alexandre Rios Martins

Nível de Ensino : Bacharel em química

Experiência como Químico : 18 anos

Experiência com análise de PCBs : 09 anos

Executor da Análise de PCBs : Nadia Maribel Mayer

Nível de ensino : Técnica química

Análise físico-química : sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 50 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca : Thermo

Modelo : Trace GC Ultra

Coluna : OV 5 **comprimento :** 60 metros

Gás de arraste : Hélio

Método Analítico utilizado: NBR 13882, com modificação :

Purificar 2 mL de amostra de óleo no SPE.

Pesar 500 ou 200 µL-dependendo da concentração esperada e acrescentar o volume em peso do hexano marcado com PI a 10 mL. Injetar 1 µL no cromatógrafo.

SPE- Marca : Baker (Bakerbond)

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Mix de PCBs

Unidade utilizada: ppm

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim(x) não()

Qual?: Cigré (Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim() não() depende do mercado

Solvente utilizado : Baker grau resíduo

Padrão analítico

Marca : Chemservice

Concentração: 1000µg/mL em solvente(x) em óleo() acompanhados de seus respectivos certificados e planilha de cálculo para construção da curva analítica.

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor: observa pela resolução da curva

Curva analítica- 0,1 a 5,0 mg/L

Construída com__6__pontos de injeção-injeção em duplicita 2 vials diferentes

Frequência da curva(construção): avaliada em função do padrão de referência- retirado quando da construção da curva analítica e armazenado corretamente no freezer a 15 graus negativos.

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

Ar condicionado : sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim(x) não()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim() não(x)- mas usa sabão alcalino

Área de café separada : sim(x) não()

Sala de pesagem separada : sim() não(x) mas a balança está colocada em mesa adequada

Descarte de solvente(descrição) : descarta dentro de um frasco adequado

Descarte de padrão analítico(descrição) : no mesmo frasco de solvente, depois encaminhado ao departamento competente -área ambiental dentro da empresa.

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

Armazenado em tambor qualquer que seja a concentração até o limite do tambor. Depois é encaminhada à unidade de regeneração que envia uma amostra deste tambor para análise de PCBs antes de dar o destino final : regenerar, incinerar ou descontaminar.

Vidraria contaminada (frasco)é lavado e reutilizado-não tem controle desta vidraria.

Tem POP de lavagem da vidraria? sim () não (x)

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não ()

Observação

O laboratório está bem montado, e conforme rege as boas práticas analíticas.

A parte onde se executa a análise dos PCBs está separada fisicamente das análises físico-químicas.

Ambos os técnicos tem boa formação analítica e vivência na área de PCBs.

Devido a um problema técnico no cromatógrafo a gás, não foi possível acompanhar a parte analítica já que o CG estava sem detetor.

Deixamos a amostra para ser analisada, quando o equipamento estiver em condições de análise e posterior envio do resultado obtido.

Data da Visita : 26.10.2011

Razão Social:Eletrosul Centrais Elétricas S.A.

CNPJ:000739570001482

Rodovia SC 407 Km 04

Bairro : Sertão do Maruim CEP:88122-001

Cidade : São José Estado:SC

Telefone: 48-3231-3631 Fax:o mesmo

email: jaugusto@eletrosul.gov.br

Site: www.eletrosul.gov.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não(x)

A Eletrosul é uma estatal de geração de energia elétrica

Responsável pelo Laboratório : José Augusto do Nascimento

Nível de Ensino : Bacharel em química

Experiência como Químico :23 anos

Experiência com análise de PCBs :15 anos

Executor da Análise de PCBs : Alessandro Claudio

Nível de ensino : Bacharel em química com Mestrado em materiais

Análise físico-química: sim(x) não ()

Quantidade análise mês : 60 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs :(1)

Deixa a vidraria de molho em ácido nítrico a 10% e lava com detergente neutro.

Os balões são secos a temperatura ambiente.

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim () não (x)

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim () não (x) mas a balança está adequadamente colocada em mesa própria

Descarte de solvente(descrição) : guarda em um galão próprio

Descarte de padrão analítico : no mesmo galão junto com o solvente

Descarte do óleo isolante :

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

São colocadas juntas num tanque de armazenamento qualquer que seja a concentração e descartado por empresa devidamente licenciada.

Vidraria contaminada (frascos)

Tem POP de lavagem da vidraria- sim() não(x)

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não()

Não tem controle dos frascos que são reutilizados.

Observação

O laboratório está bem adequado, mas a análise físico-química também fica junto com a análise de PCBs. Ambos os cromatógrafos ficam no mesmo espaço físico. Já que há disponibilidade de espaço fiz esta anotação sugerindo que separe principalmente da cromatografia de gases que estão sendo manuseadas na mesma bancada.

A balança analítica deveria mudar de bancada, para evitar o constante deslocamento de bandeja , contendo óleo com PCBs.

Balança sem etiqueta de calibração , padrões sem certificados e sem planilha de cálculo para a curva analítica.

Amostra levada para a Eletrosul

Resultado da análise:

Amostra 01 : Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado: 44,5 mg/kg de óleo em mistura de Aroclor 1242/1254/1260

A expressão dos resultados não está correta , tendo em vista que o valor 44,5 mg/kg refere-se à PCBs , portanto o correto é expressar: “44,5 mg/kg de PCBs em Aroclor 1242/1254/1260”.

Provavelmente o resultado está fora da linearidade do detetor , ou erro no cálculo do fator de correção usado para a análise.

Estado do Paraná

Data da visita:08.11.2011

Razão Social: DIAGNO-Materiais e Meio Ambiente, Pesquisa Desenvolvimento e Análises Químicas Ltda

Concentração: 500 mg/kg em solvente() em óleo(x)

Se óleo como é construída a curva analítica?

DLuição direta dos padrões nas concentrações -0,5 ;2,0;20;50 e 100 mg/kg

Linearidade do detector : não determinada- observa-se pela curva analítica

Curva analítica:

Construída com ___5___ pontos de injeção-duplicata(de vial diferentes)

Frequência da curva(construção) : a qualquer interrenção ou no máximo uma semana(mais ou menos após passar 20 amostras)

Instalações:

Capela de exaustão sim() não(x)

ar condicionado : sim() não (x)

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (x)

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim () não (x)

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim () não (x) mas a balança está adequadamente colocada

Descarte de solvente (descrição) coloca no frasco, depois para uma bombona discriminada descarte PCBs até a destinação final com empresa licenciada-Momento Engenharia Ambiental

Descarte de padrão analítico (descrição)

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

Sem triagem são todas encaminhadas para Mineraltec (destinação /descontaminação)

Vidraria contaminada (frascos)-idem ao solvente

Tem POP de lavagem da vidraria : sim

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não () se abaixo de 500 ppm, com controle estatístico.

Observação

O Laboratório está bem montado, mas a análise físico-química está sem separação física. A análise de PCBs é manuseada em bancada exclusiva. A balança está adequadamente colocada, calibrada, com etiqueta de calibração. Os padrões devidamente acondicionados em freezer a 15 graus negativos Acompanha o certificado de cada padrão, bem como a planilha de cálculo das referidas Curvas Analíticas.

Amostra levada para o Diagno

Amostra 02 :Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado: 125,9 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

O resultado encontrado é considerado bom e está dentro da faixa linear de resposta do detector.

Data da visita:08.11.2011

Razão Social:Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento-LACTEC

CNPJ:01715975/0001-69

BR 116

Km 98

Bairro : Jardim das Américas

CEP:81531-980

Cidade : Curitiba

Estado:PR

Telefone: 41-3361-6191

Fax:-

Email: thiago.j@lactec.org.br

Site:www.lactec.org.brr

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não (x)

Responsável pelo Laboratório :Rodrigo Soares Ferreira

Nível de Ensino :Bacharel em Química

Experiência como Químico :-

Experiência com análise de PCBs :não tem

Executor da Análise de PCBs :Thiago José dos Santos

Nível de ensino :Técnico em química

Análise físico química : sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 90 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca :Finnigan

Modelo :9001

Coluna : DB5 **comprimento:** 30 metros

Gás de arraste : Helio

Método Analítico utilizado: NBR 13882-com modificação:

Purificar 4 mL de óleo no SPE de Florisil ,pipetar uma aliquota de 0,05 mL em 0,95mL de n-hexano dentro do próprio vial de injeção.Injetar1µL no cromatógrafo.Não usa PI.

Se o resultado obtido cair fora da linearidade do detector , dilui-se a amostra inicial de óleo com branco de óleo (óleo isento de PCBs) , e recomeça desde o clean'up.

SPE- Marca : Applied Separations

Validado : sim () não(x)

Expressão dos resultados : em Aroclor, conforme a identificação

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de Controle de qualidade analítica? sim (x) não ()

Qual? : Cigré (Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim (x) não ()

Pretende implantar? sim (x) não () em processo de implantação

Solvente utilizado : n-hexano- Mallincrodt

Padrão analítico Aroclor 1242-50mg/kg; Aroclor 1254-50,10 mg/kg; Aroclor 1260 -49,99 mg/kg todos em óleo .Acompanhado de certificado analítico

Marca : Supelco

Concentração : em solvente() em óleo(x)

Se óleo como é construída a curva analítica?

Quebra a ampola que contem o padrão e coloca em vial. O analista não descreveu a preparação das soluções padrão e nem mostrou para o consultor a curva analítica com a qual ele trabalha.

Linearidade do detetor : não determina

Curva analítica:

Construída com _4_ pontos mais o zero. Injeção em duplicata de vials diferentes.

Frequência da curva(construção):+ ou - 48 horas

Primeiro ele faz a amostra e em função dos resultados obtidos ele injeta os pontos e constrói a curva conforme a concentração obtida em cada lote de amostras.

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

ar condicionado : sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim(x) não()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim (x) não () mas é aleatório

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim (x) não ()

Descarte de solvente (descrição) -descarte só para solvente com PCBs

Posteriormente é incinerado: Silcon Ambiental

Descarte de padrão analítico (descrição)

Junto com as amostras (no mesmo recipiente), e mesma destinação: Silcon Ambiental

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

Cliente tem prazo para a retirada das amostras de óleo, mas na maioria das vezes as amostras são armazenadas e seguem para destinação final identificadas como PCBs, mas sem quantificar.

Vidraria contaminada (frascos)-vials de coleta após filtragem e vials de injeção

São lavados e reutilizados.

Tem POP de lavagem da vidraria-Não

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não ()

São lavados apenas mas sem controle de PCBs, inclusive os vials de injeção.

Observação

O laboratório está fisicamente bem distribuído.

A extração é feita em bancada exclusiva e o cromatógrafo fica na sala de equipamentos. Os vials de injeção são lavados e reutilizados, mas sem controle cromatográfico, o que poderia vir a ser uma fonte de erro. Isto é inadequado.

O fato de fazer a curva quase que diariamente ou a cada lote de análises minimiza o erro, mas por conseguinte há muito descarte de padrão para o meio ambiente. A curva analítica pode ser estendida para uso por um tempo maior, sem acarretar erro desde que checado todo dia com um padrão.

Amostra levada para o Lactec

Amostra 01 : Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 33,2 mg/kg expresso como Aroclor 1254.

A identificação não está correta visto que a amostra enviada é uma mistura de Aroclor 1242/ 1254/1260.

O analista deverá sempre conferir a identificação da amostra fazendo um

“overlapp” com os padrões analíticos para certificar da identificação dada à amostra.

Estado de Minas Gerais

Data da visita:17.11.2011

Razão Social: Furnas Centrais Elétricas S.A.

CNPJ: 23274194/0091-75

Rua Carmo do Rio Claro

Nº 80

Bairro : Furnas

CEP: 37945-000

Cidade : São José da Barra

Estado: MG

Telefone: 35-3523-5884

Fax:35-3523-5803

email: lantonio@furnas.com.br/ vilela@ furnas.com.br

Site: www. furnas.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não (x) Estatal de geração e transmissão de energia elétrica

Responsável pelo Laboratório : José Alves Vilela

Nível de Ensino : Químico Industrial Superior

Experiência como Químico : 35 anos

Experiência com análise de PCBs : 10 anos

Executor da Análise de PCBs: Lucimar Teixeira Borges , Silvio Ribeiro, Simone Bonfim Faria Damasceno.

Nível de ensino : Todos , Técnico em química

Análise físico química : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim () não (x) mas está adequadamente colocada em mesa especial e está devidamente calibrada

Descarte de solvente (descrição)

Colocada em bombona, ponteiras , SPE e o material segue para o órgão ambiental responsável de Furnas Centrais Elétricas.

Descarte de padrão analítico (descrição):idem ao item anterior

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm: é alienado para o departamento competente.

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm- volta para a regeneração

Vidraria contaminada (frascos)- não tem porque Furnas não tem trafo contaminado com PCBs

Tem POP de lavagem da vidraria- sim

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não (x)

Observação:

O laboratório está adequadamente montado, sendo que a área destinada à análise de PCBs está separada por divisória.

Os técnicos de laboratório tem boa formação em química. As soluções padrão estão adequadamente guardadas em freezer a 15 graus negativos.

Apresentou os certificados dos padrões analíticos, mas está sem planilha de cálculo para as soluções preparadas para a construção da curva analítica.

Amostra levada para Furnas

Amostra 1 : Resultado esperado 140,0 mg/kg

Resultado encontrado: 89,6-1^a. Extração

85,9-2^a. Extração

Diluição da amostra 1- 105,7 mg/kg , todos expressos como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Amostra 2 :Resultado esperado 28,0 mg/kg

Resultado encontrado: 23,7 mg/kg em Somatorio de Aroclor 1242/1254/1260.

A consultora sugeriu que o analista fizesse uma diluição da amostra 1 , para demonstrar durante o Oficina sobre PCBs a realizar-se em 02.12.2011, como o resultado modifica, quando se trabalha dentro da linearidade do detetor de captura de elétrons.

Estado de São Paulo

Data da visita : 23.10.2011

Razão Social: Analab Laboratório de Precisão Ltda.

CNPJ: 00.989.039/0001-83

Rua: Laguna Nº 991
Bairro : Jardim Paulista CEP: 14090-062
Cidade :Ribeirão Preto Estado: S.P.
Telefone: (16) 3627-6595 Fax: o mesmo
Email: analab@uol.com.br
Site: www.analab.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não (x)

Responsável pelo Laboratório : Janete Aparecida da Silva

Nível de Ensino : Pós graduação em Química Analítica

Experiência como Químico : Química Industrial superior com Mestrado em PCBs no óleo isolante de transformadores.

Experiência com análise de PCBs : 22 anos.

Executor da Análise de PCBs : a mesma

Nível de ensino :

Análise físico química : sim () não (x)

Quantidade análise mês : 100 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs : (1)

Marca : Thermo

Modelo : Trace

Coluna : OV-5 comprimento: 60 metros.

Gás de arraste: Helio 5.0

Método Analítico utilizado : NBR 13882, com modificação

Pipetar 0,25 mL de amostra de óleo, purificar no SPE e eluir com n-hexano

Até 10 mL.Injetar 1 µL no cromatógrafo.

SPE:- Marca: Chromabond (Macherey Nagel)

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados: Somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Unidade utilizada : mg/kg.

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim() não (x)

Qual?

NBR 17025 está implantada? sim() não (x)

Pretende implantar? sim (x) não()

Solvente utilizado : n-hexano Mallincrodt-grau resíduo

Padrão analítico

Marca: Sigma

Concentração: 1000mg/L em solvente() em óleo()

Devidamente armazenado em freezer a 15 graus negativos

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detector-não determinanda-observa-se pela Curva Analítica

A Curva Analítica é construída com 5 pontos: 0,15 mg/L a 2,5 mg/L - injeção em triplicata.

Curva analítica

Frequência da curva(construção) : mensalmente, ou a qualquer intervenção no cromatógrafo

Instalações:

Capela de exaustão : sim() não()

ar condicionado : sim() não ()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não ()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim () não ()

Área de café separada : sim () não ()

Sala de pesagem separada: sim () não ()

Descarte de solvente (descrição): Acondicionados em galão e estocados no laboratório..

Descarte de padrão analítico (descrição) : No momento sendo estocado.

Descarte do óleo isolante (descrição): Devolvido para o cliente

Amostras com PCBs acima de 50 ppm : ..

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm :

Devolvido para o cliente, qualquer que seja a concentração obtida.

Vidraria contaminada (frascos) : Vidraria exclusiva para uso nas análises de PCBs, são testadas antes do uso., sempre

Tem POP de lavagem da vidraria: Sim.

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não ()

Observação

O laboratório realiza exclusivamente análise de PCBs, não só no óleo isolante, assim como em outras matrizes.

Técnicamente deverá instalar uma capela de exaustão, principalmente para manusear o padrão analítico.

Semanalmente carrega uma recuperação da metodologia analítica para avaliar a

Eficiência do método usado.

Amostra analisada pela Analab

Amostra 01 : Resultado esperado: 140,0mg/kg-Resultado encontrado:134,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Amostra 02 : Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 26,5 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Os resultados encontrados são bons e estão dentro do valor esperado. Trabalha dentro da linearidade do detetor, utilizando uma faixa estreita de concentração

Data da visita : 19.10.2011

Razão Social:Brastrafo do Brasil Ltda

CNPJ:01.069.182/0001-76

Rodovia SP 101 Km 14,8

Bairro : Resende CEP:13190-000

Cidade : Monte-Mór Estado:SP

Telefone: 19-3889-9222 Fax:19-3889-9215

Email: gerlab2@brastrafo.com.br/jcgomes@brastrafo.com.br Site:www.brastrafo.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de comércio e serviços de óleos isolantes?

sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório :Jandira de Arruda Castanho

Nível de Ensino : Bacharel em Química

Experiência como Químico : 03 anos

Experiência com análise de PCBs : 1 ano

Executor da Análise de PCBs : Elisangela Geroli Barbosa

Nível de ensino : Técnica em química

Análise físico química : sim (x) Não ()

Quantidade análise mês : 300 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs : (1)

Marca : Perkin Elmer

Modelo : Clarus 600

Coluna : OV5 **comprimento:**60 metros

Gás de arraste : Nitrogênio 5,0 ECD

Método Analítico utilizado: NBR 13882, sem modificação, sem Padrão Interno (marcador)

SPE:- Marca: Chromabond (Macherey Nagel)

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Somatório de Aroclor 1242/1254/1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim(x) não ()

Qual?:Cigré (Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado : Tédia-grau resíduo

Padrão analítico

Marca: Absolut Standards

Concentração: 5mg/L em solvente() em óleo() armazenado em freezer, acompanhados de seus respectivos certificados e panilha de cálculos para a construção da curva analítica.

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor : não determinada

Curva analítica : 2,0 a 60 mg/L (com o fator 20)-0,1 3,0 mg/L

Construída com 3 pontos de injeção em triplicata de vials diferentes

Frequência da curva(construção) : Quando o sinal aumenta muito (corrente de fundo) ou na conferência com um padrão quando o valor dá desvio de até 10%

Instalações:

Capela de exaustão : sim() não()

ar condicionado : sim() não ()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não ()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : Sim () não ()

Área de café separada : sim () não ()

Sala de pesagem separada : sim () não ()

A balança está adequadamente colocada, é calibrada e com certificado de calibração.

Descarte de solvente (descrição) : em tambor e está armazenado na empresa

Descarte de padrão analítico (descrição): junto com o solvente

Descarte do óleo isolante (descrição) :

Amostras com PCBs acima de 50 ppm- São armazenadas na empresa

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm- Volta para a regeneração

Vidraria contaminada (frascos)

Tem POP de lavagem da vidraria? sim() não ()

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não ()

Observação

O laboratório está bem montado, embora os ensaios chamados “especiais” sejam manuseados no mesmo espaço físico. Como tenho enfatizado o ideal é que a análise de PCBs seja confinada , eliminando-se assim a possibilidade de contaminação cruzada.

Amostra levada para a Brastrafo

Amostra 2 resultado esperado : 28,0 mg/kg de PCBs em Aroclor 1242/1254/1260

Resultados obtidos: 16,8 e 13,1 mg/kg de PCBs em Aroclor 1242/1254/1260

Marca: Ultra Sientífica/Supelco

Concentração : 1000mg/L em solvente (x) em óleo (x) customizado de concentrações diversas, com seus respectivos certificados.

Se óleo como é construída a curva analítica?

É usado para o SPME

Linearidade do detetor: sim

Curva analítica

Construída com 07 pontos de injeção. injeção única

Frequência da curva (construção): após injeção de amostra e dá uma diferença no TR (tempo de retenção)

Instalações:

Capela de exaustão: sim(x) não()

ar condicionado: sim(x) não ()

Área de lavagem de vidraria separada: sim(x) não ()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim (x) não () - aleatoriamente

Área de café separada: sim (x) não ()

Sala de pesagem separada: sim () não (x) mas a balança está adequadamente colocada e calibrada

Descarte de solvente (descrição): coloca em uma bombona e depois é enviada para empresa licenciada

Descarte de padrão analítico (descrição) - descartado em recipiente adequado para PCBs e é enviado para empresa licenciada

Descarte do óleo isolante (descrição):

Amostras com PCBs acima de 50 ppm- é descartado separadamente, é enviada para empresa licenciada

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm- volta para a planta de regeneração

Vidraria contaminada (frascos);é guardado por um período depois será encaminhado para destinação final

Tem POP de lavagem da vidraria- sim (x) não ()

Os frascos de transporte dos PCBs são re-usados? sim (x) não ()

Para amostras que dão PCBs abaixo de 50 ppm, sem controle cromatográfico

Amostra levada para a Eletropaulo

Amostra 01- resultado esperado:140,0 mg/kg- resultado encontrado:26,0

Mesma amostra feita com SPME- resultado encontrado: 66,0 mg/kg

Amostra 02 :Resultado esperado 28,0 mg/k-resultado encontrado: 5,0 mg/kg

Mesma amostra feita com SPME- resultado encontrado: 2,0 mg/kg

Provavelmente O SPE reteve PCBs, ,mas mesmo assim há uma diferença muito grande nos resultados quando se compara os dois métodos de extração.

Para uma conclusão ideal teríamos que fazer com mais amostras para localizar o erro.

Data da visita:18.10.2011

Razão Social: Engeman engenharia de Manutenção Jaguariúna Ltda

CNPJ:01.866.696/0001-04

Rua Testa № 20

Bairro : Jardim São Sebastião CEP: 13820-000

Cidade : Jaguariúna Estado: SP

Telefone: 19-3867-5294 Fax: 19-38675294

Email: valdemar@engemanengenharia.com.br

Site:[www.engemanengenharia .com.br](http://www.engemanengenharia.com.br)

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório : Valdemar Donizete Tarallo

Nível de Ensino :Técnico em química

Experiência como Químico : 20 anos

Experiência com análise de PCBs : 2 anos

Executor da Análise de PCBs: o mesmo e Paulo Pereira Brito

Nível de Ensino : técnico em química

Análise físico química : sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 30 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs : (1)

Marca : Thermo Científica

Modelo : Trace

Coluna : OV5 **comprimento:** 60 metros

Gás de arraste :Hélio 5.0

Método Analítico utilizado:NBR 13882, sem modificação

SPE- Marca: Supelclean-SUPELCO

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Somatório de Aroclor 1242/1254/1260

Unidade utilizada :mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim() não (x)

Qual?:

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado : Baker- grau resíduo

Padrão analítico

Marca : Supelco

Concentração : Aroclor 1254-993 µg/mL

Aroclor 1242-954 µg/mL

Aroclor 1260-1020 µg/mL em solvente() em óleo() não fez correção do padrão ao preparar cada solução de Aroclor

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor : não determinada

Curva analítica : 2,0 a 50,0 mg/kg

Construída com 5 pontos de concentração injeção única

Frequência da curva(construção) : não respondido

Instalações:

Capela de exaustão : sim() não()

Ar condicionado : sim() não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim () não ()

Área de café separada : sim () não ()

Sala de pesagem separada : sim () não ()

Descarte de solvente (descrição) :; em tambor e está armazenado na empresa

Depois vai para Essencis Soluções Ambientais Ltda

Descarte de padrão analítico (descrição) : não respondido

Descarte do óleo isolante (descrição):

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

devolvido para o cliente qualquer que seja o teor de PCBs encontrado

Vidraria contaminada (frascos) : lavado com etanol comercial, água e detergente neutro , enxaguados com água destilada seca em estufa a 100°C.

Tem POP de lavagem da vidraria ? não tem

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não ()

Sem nenhum controle dessa vidraria

Observação:

O Laboratório tambem faz análise físico química, por conseguinte o manuseio das amostras é comum em todas as bancadas, e não existe uma bancada exclusiva para manusear amostras com PCBs.

O laboratório não apresentou certificado dos padrões utilizados, e nem a planilha de cálculo para a construção da Curva Analítica.

Amostra levada para a Engeman

Amostra 01 :Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado: 7,4 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

O resultado encontrado está muito abaixo do resultado esperado. Provavelmente a amostra ficou retida no SPE ou curva anaítica errada..

Data da Visita :18.10.2011

Razão Social: Análises Manutenção e Com Peças para Transformadores(ITOIL)

CNPJ:71.963904/0001-60

Rodovia Campinas –Mogi-Mirim Km 126

Bairro :Bacaiúva CEP:12820-000-Caixa Postal 65

Cidade :Jaguariúna Estado:MG

Telefone:19-3257-1090 Fax:19-3257-0409

Email:laboratório @itoil.com.br/cromatografia@itoil.com.br

Site:www.itoil.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório : Ricardo Miled Cordeiro Hossri-

Nível de Ensino :Químico Industrial Superior

Experiência como Químico : 20 anos

Experiência com análise de PCBs :1995(Dexsil)

Executor da Análise de PCBs :o mesmo

Nível de ensino:

Análise físico química : sim (x) não ()

Quantidade análise mês :150-200 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca :Thermo

Modelo :Trace GC Ultra

Coluna : Fast **comprimento :**10metros

Gás de arraste :Hélio-Make up Nitrogênio

Método Analítico utilizado:NBR 13882, com modificação

Pesar 0,2mL do óleo considerando a densidade=0,17400g

Pesar 4,8 mL de n-hexano considerando a densidade 0,6591=3,16368.Completar o volume a 5 mL.

SPE- Marca : Baker (Bakerbond)

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Somatório de Aroclor 1242/1254/1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim() não (x)

Qual?:

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado : Hexano Jt Baker grau resíduo

Padrão analítico

Marca : Sigma Aldrich

Concentração : 1000 µg/mL em solvente(x) em óleo() armazenado em congelador (na cozinha do refeitório)

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detector : não determinada

Curva analítica : 0,5 a 50,0 mg/L

Construída com 3 pontos de injeção de vials diferentes: mais ou menos 1 mês

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

ar condicionado : sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (x)

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim () não (x)

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim () não (x)

Descarte de solvente (descrição)

Armazenado e depois incinerado pela empresa :Química Industrial Supply

Descarte de padrão analítico (descrição): idem

Descarte do óleo isolante (descrição)-

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm armazenado junto ambas as concentrações

Vidraria contaminada (frascos) são todos reutilizados, mas não faz controle de vidraria por cromatografia gasosa

Tem POP de lavagem da vidraria ? sim () não (x)

Os frascos de transporte dos PCBs são re-utilizados? sim (x) não () -sem controle de lavagem para PCBs

Observação

O laboratório está bem montado, faltando apenas alguns detalhes, como por exemplo:

Pesagem em local próprio,

Lavagem da vidraria separada para PCBs

Freezer para guardar o padrão analítico dentro do laboratório

Planilha para o cálculo da Curva Analítica que não estava acompanhando a referida curva, bem como dos padrões analíticos disponíveis no laboratório.

A pesagem é feita em balança de prato aberto, calibrada (certificado anexo) localizada em bancada própria

Amostra levada para a ITOIL :Resultado esperado 28,0 mg/kg

Resultado encontrado: 29,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Embora o laboratório use uma coluna do tipo Fast , o resultado obtido está bastante próximo do valor esperado. Não tenho experiência com esta coluna curta, talvez o ideal seria passar uma amostra cujo resultado esperado fosse maior que 50,0 mg/Kg o que o obrigaria a fazer uma diluição da amostra para verificar mais certeza a performance deste resultado nesta coluna de menor comprimento.

Data da visita: 24.11.2011

Razão Social:Lorencini Brasil Com.Man.e Montagens de Equip.Elétricos

CNPJ:04.824.941/0001-09

Rua :Raymundo Cirino Nº 65

Bairro : Planalto CEP:09890-510

Cidade: São Bernardo do Campo Estado:SP

Telefone: 11-4399-3132 Fax: o mesmo

Email: laboratório@lorencini.com.br

Site:www.lorencini.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório :Mauricio Gloeden Fogolin

Nível de Ensino : Engenheiro químico

Experiência como Químico :14 anos

Experiência com análise de PCBs :4 anos

Executor da Análise de PCBs : o mesmo

Nível de ensino:

Análise físico química: sim (x) não ()

Quantidade análise mês :100 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca : Thermo

Modelo :Trace Plus

Coluna: HT-8-Fast **comprimento:**10 metros

Gás de arraste : Hélio

Método Analítico utilizado:NBR 13882 modificado

Purificar pelo SPE 2 mL do óleo, pipetar,0,5 mL,+0,1 mL do PI em óleo (branco)e completar com n-hexano a 10 mL.Injetar 1 uLno cromatógrafo.

SPE- Marca : Applied Separations

Validado sim() não(x)

Expressão dos resultados : Somatório de Aroclor 1242/1254/1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim(x) não ()

Qual?: Cigré(Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado: n-hexano-Carlo Erba-PA

Padrão analítico

Marca: Absolute Standards

Concentração: 500 mg/Kg em solvente() em óleo(x)

Se óleo como é construída a curva analítica? diluição direta em n-hexano, sem passar pelo SPE

Linearidade do detetor : não determinada

Curva analítica -0,5 a 5,0 mg/L- Fator 20

Construída com __4__ pontos de injeção-triplicata

Frequência da curva(construção) : 1 mes estabelecido de acordo com critério próprio

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

ar condicionado : sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim(x) não()

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim () não (x)
aleatório

Área de café separada : sim (x) não()

Sala de pesagem separada: sim () não(x)

Descarte de solvente (descrição)

Galão para descarte de solvente inclusive com PCBs-destino final-doação para empresa que faz recuperação de solvente

Descarte de padrão analítico (descrição): Junto com solvente

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Descartado na bombona com óleo contaminado e envia para empresa licenciado.

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

Vendido para ITOIL

Vidraria contaminada (frascos)

Tem POP de lavagem da vidraria? sim, mas não específico para PCBs

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não (x)

Amostra levada para a Lorencini

Amostra 01 :Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado: 132,2 mg/kg expresso como Mix de PCB.

Amostra 02 :Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 21,7 mg/kg expresso como Mix de PCB

Os resultados encontrados são bons, e o laboratório trabalha como uma coluna tipo Fast (10 metros).

Apenas uma ressalva que o solvente utilizado é um solvente PA, e o detergente.

Usado não é específico para vidraria de laboratório (detergente de cozinha).

O analista liberou resultado acima de 100mg/kg embora a curva seja até 100 mg/kg.

Data da visita: 19.10.2011

Razão Social: Mag Transformadores Ltda

CNPJ: 03514509/0001-40

Rodovia SP 135 Km 17+ 200 m

Bairro : Dois Córregos CEP: 13400-700

Cidade :Piracicaba Estado:SP

Telefone: 19-34142300 Fax: o mesmo

Email: v.lopes@magtrafo.com.br g.canevari@magtrafo.com.br

Site: www.magtransformadores.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim(x) não() Fabricação de transformadores

Responsável pelo Laboratório: Valéria Lopes Rocha

Nível de Ensino : Superior(cursando)

Experiência como Químico: 09 anos(Técnica química)

Experiência com análise de PCBs : 3,5 anos (ACS Laboratórios- Goiânia)

Executor da Análise de PCBs : Cintia dos Santos Rodrigues

Nível de ensino:Química Industrial Superior

Análise físico química: sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 200 amostras (eram repassadas para outro laboratório)

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca: Thermo Fisher Cientific

Modelo: Trace Ultra Plus

Coluna: Fast **comprimento:** 10 metros

Gás de arraste : Helio

Método Analítico utilizado: NBR 13882- modificado:

Passa 4 mL do óleo pelo SPE de floril, toma uma alíquota de 0,05 mL de amostra + 0,95mL de n-hexano + 0,1 mL de PI

SPE- Marca: Applied Separations

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Somatório de Aroclor 1242/1254/1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim() não (x) Laboratório recém-instalado

Qual?:

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado: n-hexano PA- marca Cromoline

Padrão analítico

Marca: Ultra-Scientific

Concentração: 1000µg/mL em solvente(x) em óleo()- sem certificado

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor: não determinada

Curva analítica: 2,0 a 100,0 mg/L-0,1 a 5,0 mg/L

Construída com__5__pontos - injeção única

Frequência da curva(construção): laboratório em implantação

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

Ar condicionado : sim(x) não ()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (x)

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: Sim () não (x)

Área de café separada: sim (x) não ()

Sala de pesagem separada: sim () não (x)

Descarte de solvente (descrição)

Armazenado e estocado aguardando decisão da empresa.

Descarte de padrão analítico (descrição)

Ainda não possui esse descarte- laboratório em fase de implantação

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm- enviado para a ITOIL

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

As amostras de óleo são descartadas num tanque. Posteriormente serão analisadas para PCBs para dar destino final

Vidraria contaminada (frascos)- lavados sem nenhum controle para PCBs

Tem POP de lavagem da vidraria sim () não (x)

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não ()

Sem nenhum controle no frasco de coleta da amostra para PCBs.

Observação:

A bancada onde está localizado o cromatógrafo para análise de PCBs tem em paralelo um cromatógrafo para análise de gases dissolvidos.

Como venho enfatizando, a análise de PCBs deverá estar confinado, num único

Local e a bancada onde se prepara as amostras também são comuns para as análises físico-químicas.

Não tem freezer para guardar os padrões analíticos assim como não foram apresentados os certificados dos padrões e nem planilha de cálculo para a construção da curva analítica.

O solvente utilizado não é adequado já que se usa um hexano P.A.

Amostra levada para a MAG :

Amostra 01-Resultado esperado 140,0 mg/kg

Resultado encontrado: 93,24 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

O resultado apresentado não está correto uma vez que a curva analítica tem uma casa decimal e o resultado apresentado está com 2 casas decimais. Uniformizar a grafia.Tendo em vista o resultado obtido , provavelmente fora da linearidade do detetor.

Data da visita:12.11.2011

Razão Social: MEDRAL Fabricação e Comércio de Equipamentos Elétricos Ltda

CNPJ: 087427060001-30

Avenida Expedicionários

Nº 285

Bairro : Vila Barros

CEP:17900-000

Cidade : Dracena

Estado:SP

Telefone: 18-3822-3722

Fax:

Email: julianaduarte@medralequipamentos.com.br

site: www.medral.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório :Antonio Roberto Marinetto

Nível de Ensino : Técnico Químico

Experiência como Químico: 02 anos

Experiência com análise de PCBs :02 anos

Executor da Análise de PCBs: o mesmo

Nível de ensino:

Análise físico química: sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 75 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca : Thermo

Modelo :Trace

Coluna : OV-5 **comprimento :60 metros**

Gás de arraste :Helio

Método Analítico utilizado:NBR 13882,com modificação

Purificar 4 mL de óleo no SPE usando vácuo

SPE- Marca: Applied Separations

Validado: sim() não(x)

Expressão dos resultados: Somatório de Aroclor 1254/1254/1260

Unidade utilizada :mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim() não (x)

Qual?:

NBR 17025 está implantada? sim() não()

Pretende implantar? sim() não()

Solvente utilizado: Vetec pa,

Padrão analítico: Aroclor 1242-958 ;1254-993;1260:1020 ug/mL

Solução mãe é preparada em massa.

Marca: Supelco

Concentração: em solvente(x) em óleo() com seus respectivos certificados.

Se óleo como é construída a curva analítica?

Linearidade do detetor : não determinada

Curva analítica-0,5 a 30 mg/L

Conferência da Curva – tem uma amostra de óleo com 35 mg/kg de PCBs purificado pelo SPE- prepara solução de amostra e injeta para checar a curva.

Construída com 7 pontos de uma única injeção

Frequência da curva(construção): Faz a verificação da curva toda segunda feira com o “óleo padrão de 35 mg/kg”.

Instalações:

Capela de exaustão sim() não() mas não usa para preparar PCBs

ar condicionado : sim(x) não ()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (x) balão volumétrico é lavado e seco na estufa a 100 C

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim () não () rinsa com o solvente, mas não injeta

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada: sim () não (x)

Descarte de solvente (descrição); colocado no tambor e que ainda está sem destinação final.

Descarte de padrão analítico (descrição); junto num unico galão e é levado para incinerar em empresa licenciada.

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm- colocado em tambor armazenado na empresa , posteriormente é devolvida para o cliente

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm- colocada em galão e volta para a regeneração

Vidraria contaminada (frascos)- não tem controle

Tem POP de lavagem da vidraria-Não tem

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim (x) não ()

Sem nenhum controlesobre essa vidraria.

Observação

O laboratório está bem montado, em termos de espaço físico, mas tambem manuseia PCBs na mesma bancada onde se manuseia as análises físico-químicas. Utiliza balão volumétrico no ensaio , lava-o e seca a 100 graus na estufa.Vidraria volumétrica não deve ser seca em estufa a temperatura elevada

Amostra levada para a Medral

Amostra 01: Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado: 54,487 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

O resultado encontrado provavelmente está fora da linearidade do detetor, além de um erro na preparação das soluções padrão que originou a curva analítica: pois não fez a correção na concentração do padrão analítico.

Data da visita : 13.10.2011

Razão Social: MGM Consultoria e Diagnósticos em Equipamentos Elétricos Ltda.

CNPJ: 06.034.1350001-54

Rua: Renato Henry № 77

Bairro : Jardim Chapadão CEP: 13070-106

Cidade : Campinas Estado: S.P.

Telefone: (19) 3243-4814 Fax: (19) 3243-4814

Email: junior@mgmdiag.com.br

Site: www.mgmdiag.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?
sim (x) não ()

Responsável pelo Laboratório : Milton Marques da Silva Júnior

Nível de Ensino : Pós graduação em Química Analítica

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (X)

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim (x) {só quando são empregados balões} não ()

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada: sim (x) não ()

Descarte de solvente (descrição): No momento estão estocados.

Descarte de padrão analítico (descrição) : No momento sendo estocado.

Descarte do óleo isolante (descrição): Enviado para empresa licenciada para a destinação final.

Amostras com PCBs acima de 50 ppm : Devolvidas para o cliente ou enviadas para empresa autorizada para a destinação final.

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm : Enviado para empresa autorizada para a destinação óleo não contaminado.

Vidraria contaminada (frascos) : Vidraria exclusiva para uso nas análises de PCBs, são testadas antes do uso.

Tem POP de lavagem da vidraria: Sim.

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não (x)

Observação

O laboratório está bem montado, faltando apenas alguns detalhes, como por exemplo: lavagem da vidraria separada para PCBs e uma capela de exaustão para manuseio principalmente do padrão analítico. Técnicamente não há nada a ser reparado.

Amostra levada para a MGM

Amostra 01 : Resultado esperado: 140,0mg/kg-Resultado encontrado:138,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Amostra 02 : Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 28,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Os resultados encontrados são bons e estão dentro do valor esperado.Trabalha dentro da linearidade do detetor.O responsável técnico é bastante criterioso na análise dos PCBs.

Estado de Goiás

Data da visita : 21.11.2011

Razão Social:ACS Consultoria e Serviços Ltda

CNPJ: 02.208.188/0001-93

Avenida T 15

Nº1575

Bairro : Setor Bueno

CEP:74230-010

Cidade : Goiânia

Estado: GO

Telefone: 62-3259-3589

Fax: o mesmo

Email: acs@hplc.com.br

Site: www.hplc.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não (x)

Responsável pelo Laboratório : André Luiz Cardoso Rodrigues de Sá

Nível de Ensino : Licenciado em química , mestre em química de materiais

Experiência como Químico : 30 anos

Experiência com análise de PCBs : 12 anos

Executor da Análise de PCBs : Ideana Rodrigues Lopes

Nível de ensino : Química- cursando

Análise físico química : sim (x) não ()

Quantidade análise mês : 100 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs (1)

Marca : Perkin Elmer

Modelo : Clarus 400

Coluna : HT8(SGE) **comprimento:** 50 metros

Gás de arraste : Helio

Método Analítico utilizado:NBR 13882, com modificação

Pesar 200 mg de óleo direto dentro do SPE, eluir com n-hexano até 10 mL , no balão volumétrico. Injetar 1 μ L.

SPE- Marca: Supelco

Validado : sim () não (x)

Expressão dos resultados : PCB mix 1242/1254/1260

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim (x) não ()

Qual? Cigré (Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não () em processo

Pretende implantar? sim(x) não ()

Solvente utilizado : n-hexano-Tedia-grau resíduo

Padrão analítico

Marca: Accustandard , com certificado

Concentração: 50 mg/kg em solvente() em óleo(x)

Se óleo como é construída a curva analítica? Idem á amostra

Linearidade do detector : sim, linear até 200mg/kg relativo

Curva analítica : 0,0 a 50,0 mg/kg

Construída com__5__pontos de injeção-injeção em triplicata

Frequência da curva(construção) : injeta padrão com retirado da curva analítica.

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()
ar condicionado : sim(x) não ()
Área de lavagem de vidraria separada : sim (x) não ()
Passa solvente de uso na análise, deixa de molho em extrato neutro, passa escova, depois água, água ultrapura(osmose reversa) , acetona para tirar água e em seguida n-hexano , seca a temperatura ambiente ou estufa a 50 ° C(circulação de ar)
Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico : sim () não (x) aleatoriamente

Área de café separada : sim (x) não ()

Sala de pesagem separada : sim () não (x)

Descarte de solvente (descrição)

Guardado em recipiente próprio e descartado por empresa licenciada.

Amostras líquidas em um recipiente e amostras sólidas em outro recipiente

Descarte de padrão analítico (descrição):

Junto com solvente

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm

Independente da concentração vai para uma reciclagem de óleo.

Vidraria contaminada (frascos)

Tem POP de lavagem da vidraria?-sim

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não (x)

Observação

O laboratório está bem montado, e a análise de PCBs é manuseada dentro da capela. Apenas a parte instrumental fica concentrada numa única sala.

Tecnicamente não há nada a ser reparado.

Amostra levada para a ACS

Amostra 01 : Resultado esperado 140,0 mg/k-Resultado encontrado:153,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Amostra 02 : Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 30,0 mg/kg expresso como somatório de Aroclor 1242/1254/1260.

Os resultados encontrados são muito bons.

A diferença a maior computo à curva analítica construída em óleo isolante. Precisaríamos de mais testes para afirmarmos que essa diferença seja devida a esse fator.

De qualquer forma os resultados obtidos são muito bons e o responsável técnico é bastante criterioso na análise dos PCBs.

Data da visita : 21.11.2011

Razão Social : CELG Distribuição S/A-CELG D

CNPJ:01.543.032/0001-04

Rua : 2 –quadra A-37 /N

S/ Nº

Bairro : Jardim Goiás

CEP:74805-180

Cidade : Goiânia

Estado: GO

Telefone: 62- 3243-2569

Fax:62-3243-2495

Email: marcos.rb@celg.com.br

Site:www.celg.com.br

O laboratório pertence a empresa que presta serviços na área de serviços e comércio de óleos isolantes?

sim () não (x) Sociedade de economia mista de geração , transmissão e distribuição de energia elétrica

Responsável pelo Laboratório : André Pereira Marques

Nível de Ensino : Engenheiro Eletricista

Experiência como Químico:-

Experiência com análise de PCBs :

Executor da Análise de PCBs : Marcos Reginaldo Blanco

Nível de ensino : bacharel em Química

Experiência com PCBs : 4 anos

Análise físico química: Sim (x) Não ()

Quantidade análise mês : 60 amostras

Cromatógrafos usados na análise de PCBs : (1)

Marca : Perkin Elmer

Modelo : Clarus 500

Coluna : Elite 5(Perkin Elmer) **comprimento:** 30 metros

Gás de arraste : Hidrogenio

Método Analítico utilizado: NBR 13882, com modificação

Pesar 200 mg de óleo direto dentro do SPE, eluir com n-hexano até 10 mL , no balão volumétrico.Injetar 1µL.

SPE- Marca : Applied Separations

Validado : sim() não(x)

Expressão dos resultados : Mix de PCBs

Unidade utilizada : mg/kg

Controle de Qualidade Analítica

Participa de controle de qualidade analítica? sim(x) não ()

Qual? Cigré (Diagno)

NBR 17025 está implantada? sim() não(x)

Pretende implantar? sim(x) não()

Solvente utilizado : n-hexano-Tedia grau resíduo

Padrão analítico

Marca : Accustandard , com certificado

Concentração: 50 mg/kg em solvente() em óleo(x)

Se óleo como é construída a curva analítica?

Pesar o óleo com padrão- quantidades iguais de cada Aroclor, faz-se clean"up com floril e complete o volume com n-hexano.

Linearidade do detetor : não determina, mas trabalha-se com curva até 50 mg/kg

Curva analítica-0 a 50 mg/kg

Construída com 5 pontos de injeção-injeção única

Frequência da curva(construção) : injeta um padrão “referencia” que retira da própria curva.

Instalações:

Capela de exaustão sim(x) não()

Área de lavagem de vidraria separada : sim() não (x)

Passa um detergente para tirar o primeiro excesso de óleo, coloca de molho em Extran neutro, enxagua com água torneiral e depois com água destilada, seca a temperatura ambiente.

Controle de vidraria por cromatografia, principalmente se usa balão volumétrico: sim () não (x)

Área de café separada : sim () não ()

Sala de pesagem separada: sim () não () com bancada adequadamente colocada

Descarte de solvente (descrição): em galão

Descarte de padrão analítico (descrição)- no mesmo galão

Depois é dada uma destinação com empresa licenciada

Descarte do óleo isolante (descrição)

Amostras com PCBs acima de 50 ppm- não tem nenhuma concentração

Amostras com PCBs abaixo de 50 ppm- em outro galão e segue para o tratamento ou regeneração dentro da própria empresa.

Vidraria contaminada (frascos)-

Tem POP de lavagem da vidraria ? não

Os frascos de transporte dos PCBs são reutilizados? sim () não ()

Aproveita e coleta o óleo da seringa, quando se trata de transformadores de grande porte.

No caso de transformador de distribuição a mostra já vem coletada, os frascos são lavados, mas sem controle de PCBs.

Observação

O laboratório está bem montado, e a análise de PCBs é manuseada em bancada exclusiva. A parte instrumental fica concentrada numa única sala.

Tecnicamente não há nada a ser reparado

Amostra levada para a CEI G...

Amostra 02 : Resultado esperado 28,0 mg/k-Resultado encontrado: 19,14 mg/kg expresso como Aromix Aroclor 1242/1254/1260.

Com o resultado encontrado provavelmente os PCBs ficaram retidos no SPE, ou erro no volume de injeção.

CONCLUSÃO

Após a visita “in loco” dos laboratórios que executam a análise de PCBs no óleo isolante, esta consultora observou que:

Em primeiro lugar, esqueceram ou não é do conhecimento da maioria, que a análise de PCBs no óleo isolante trata-se de uma análise a nível residual.

Dessa forma todo cuidado analítico é pouco e pode gerar resultado errôneo.

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.

Quando se prepara os padrões analíticos que gerarão a curva analítica , 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, o que lhe confere uma volatilidade alta, exposto sobre a bancada de trabalho, quando o correto é acondicionar estes padrões à uma temperatura de quinze graus negativos.

Gerei duas amostras, uma com alto teor de PCBs na faixa de 140,0 mg/kg e outra na faixa de 28,0 mg/kg, cujo objetivo foi o de acompanhar cada laboratório com sua técnica analítica utilizada bem com suas modificações.

Encontrei apenas dois laboratórios que repetem 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** da metodologia modificada. Isso é gravíssimo quando se espera resultados da ordem de ppm. Qualquer passo dado em falso é extremamente significativo o que provavelmente comprova a grande incidência de resultados divergentes entre os laboratórios.

Há um completo desconhecimento de química analítica, de preparo de padrões analíticos e em consequência disso uma curva analítica nada satisfatória e ainda mais sem interpretação do resultado obtido através desta curva analítica.

O detetor por captura de elétrons(ECD) é um dos detektors mais sensíveis entre todos os detektors atualmente conhecidos, 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.

Por esse motivo, amostras com alto teor, no nível de 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 detetor usado, e o procedimento analítico a ser adotado seria a diluição do extrato até que a concentração do mesmo se enquadrasse nas faixa linear de resposta do detetor. Somente em dois laboratórios esse procedimento foi adotado.

Em um dos laboratórios, fiz a sugestão para que o analista processe à diluição do extrato, e o resultado encontrado assemelhou-se um pouco mais ao resultado esperado. Desta forma a linearidade reproduzirá a habilidade de uma metodologia analítica produzir resultados que sejam diretamente proporcionais a concentração do analito em amostras, em uma dada faixa de concentração, sendo obtida por padronização interna ou externa e formulada com expressão matemática usada para cálculo da concentração do analito a ser determinado na amostra real.

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 detetor. Encontrei laboratório usando detergente de cozinha na lavagem da vidraria. Também não há controle nos frascos de coletas, e em muitos laboratórios eles são reutilizados sem nenhum critério de lavagem e certificação da isenção de contaminação pelo próprio PCBs.

Tendo em vista o exposto e visando minimizar essas divergências nos resultados obtidos na análise dos PCBs, no meu entender a acreditação dos laboratórios seria a única maneira de nivelar por cima esses laboratórios. pois a própria acreditação em si já exige uma série de medidas que muitos dos laboratórios despreparados deixariam de ter interesse nessas análises, por conseguinte deixariam de gerar resultados sem qualidade analítica e que em nada contribuem para a disposição dos PCBs de maneira sustentável.

Ribeirão Preto, Novembro de 2011