

1. Objetivo

Estabelecer o procedimento para o manuseio de itens de ensaio (amostras, contraprovas e frascos).

2. Responsabilidade

Os Supervisores são responsáveis pelas atividades que envolvem seu Setor. A maioria das atividades descritas nesse procedimento ocorrem nas salas de Recebimentos, Expedição (Logística) e Descarte. Supervisores, Técnicos e Auxiliares de Laboratório são responsáveis pelo seu respectivo Setor.

3. Desenvolvimento

No PA-001 estão descritas as instruções e o prazo para descarte de sobras de amostras, amostras contraprovas, frascos de amostras descartáveis e inutilizados, além de todos os resíduos gerados nas atividades desenvolvidas na EcoCerta.

No PA-002 constam informações complementares que auxiliam na execução deste procedimento.

As principais atividades desse procedimento seguem os fluxogramas abaixo:

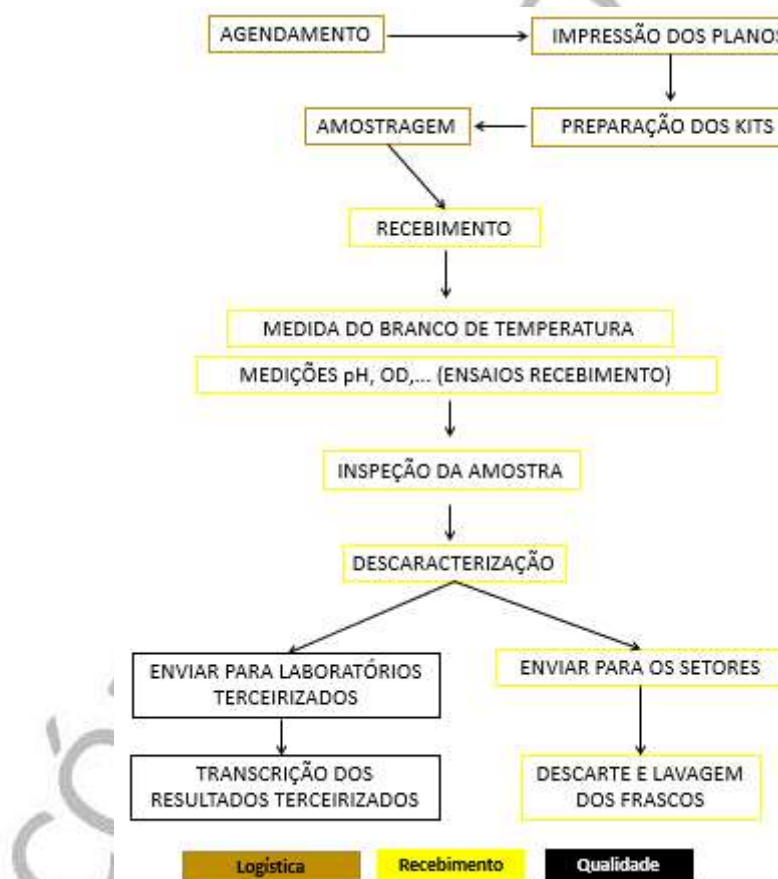


Figura 1: Fluxograma do Recebimento ambiental.



Figura 2: Fluxograma do Recebimento de alimentos.

3.1 Amostras ambientais

As instruções descritas nesse procedimento estão baseadas na ABNT NBR 9898:1987 (Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores – Procedimento), no SMWW e no Guia nacional de coleta e preservação de amostras (ANA).

No caso de amostras ambientais, o tipo de frasco e a preservação a ser utilizada é dependente de cada ensaio, bem como a validade da amostra e a quantidade mínima para a execução. Estas informações estão apresentadas no FR063 e nos respectivos Planos de Amostragem.

O preparo dos preservantes está descrito no PA-044.

O preparo das soluções de limpeza devem ser registrados no FR021, conforme segue:

- Solução de desengordurante:** adicionar 200 mL de Simocar Líquido ou similar (detergente alcalino) em 20 L de água da torneira. Validade: 6 meses.
- Solução de HNO₃ 10% V/V:** para 30 L de solução, adicionar 3 L de HNO₃ em 27 L de água de osmose. Para 5 L de solução, adicionar 500 mL de ácido nítrico em 4,5 L de água de osmose. Validade: 6 meses.
- Solução de detergente alcalino 10%:** utilizada para a lavagem interna dos frascos. A diluição é preparada conforme proposta pelo fabricante, geralmente 1 parte de detergente para 10 partes de água da torneira. Validade: 6 meses.
- Solução de álcool etílico 70%:** para 1 L de solução, medir com proveta 730 mL de álcool etílico 96% e completar com água de osmose. Validade: 6 meses.

Caso sejam preparados volumes diferentes, seguir a proporção.

3.1.1 Lavagem de frascos

Inicialmente deve-se retirar as etiquetas para posterior lavagem, com exceção das fitas identificadoras (vermelha, verde, rosa,...). Quando as fitas identificadoras estiverem descolando ou em más condições visuais, retirar e colocar nova.

Após todas as etapas de lavagem interna, quando necessário, limpar os frascos externamente com pano e acetona ou outra forma para eliminar resíduos (cola) de etiquetas.

Os frascos e tampas que após todos os processos de lavagem ainda apresentarem odor e resquícios de contaminantes, devem ser descartados conforme PA-001.

3.1.1.1 Físico-Química - frascos de vidro âmbar e bombonas plásticas 5L:

- a) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente;
- b) Lavar, principalmente a parte interna dos frascos e das tampas com água corrente e detergente neutro, utilizando escovetes;
- c) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- d) Enxaguar os frascos e as tampas, no mínimo, 3 vezes com água de osmose;
- e) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

3.1.1.2 Cromatografia (para os ensaios de TPH, BTEX, VOC, pesticidas, ácidos haloacéticos,...) - frascos de vidro âmbar, vials 40 mL, frascos de vidro para solos:

- a) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente;
- b) Nos frascos, passar no mínimo 3 vezes, acetona comercial para eliminação dos contaminantes orgânicos e/ou gorduras, recolhendo-a em bombona de acetona usada;
- c) Lavar internamente os frascos e as tampas com água corrente e detergente neutro, utilizando escovetes;
- d) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- e) Enxaguar os frascos e as tampas, no mínimo, 5 vezes com água de osmose;
- f) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

Nota 1: Os vials de 40 mL podem ser secos em temperatura ambiente ou em estufa a aproximadamente 105°C. As tampas e os septos dos vials devem ser secos somente em temperatura ambiente.

3.1.1.3 Biologia - Frascos e tampas dos vidros âmbar, bombonas de PE de 5 L e frascos PEAD de 1L e de 250 mL):

- a) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente;
- b) Lavar com escovete e detergente neutro;
- c) Enxaguar com água da torneira até a completa limpeza e remoção da espuma;
- d) Enxaguar com acetona comercial, recolhendo-a em bombona de acetona usada;
- e) Enxaguar com água da torneira até a completa remoção da acetona;
- f) Enxaguar com ácido nítrico (HNO₃) 10% V/V, recolhendo-o em bombona plástica;
- g) Enxaguar com água da torneira até a completa remoção do ácido;
- h) Enxaguar com água de osmose no mínimo 5 vezes;
- i) Secar em temperatura ambiente, deixando-os invertidos para escoar a água.

3.1.1.4 Banho de desengordurante:

Caso permaneçam sujidades, os frascos e tampas podem ser colocados no banho de desengordurante por cerca de 24 h, quando aplicável.

- a) Lavar com escovete dentro dos frascos e no interior das tampas;
- b) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- c) Enxaguar os frascos e as tampas, no mínimo, 5 vezes com água de osmose (para os do Setor da Cromatografia) e no mínimo 3 vezes com água de osmose (para os do Setor da FQ);
- d) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

3.1.1.5 Metais - seringas para kits de metais dissolvidos:

- a) Passar água da torneira para eliminar os resíduos da amostra;
- b) Lavar internamente as seringas com água e detergente neutro, utilizando escovetes;
- c) Enxaguar com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- d) Deixar em banho de ácido nítrico (HNO_3) 10% V/V por cerca de 24 h;
- e) Enxaguar, no mínimo, 5 vezes com água de osmose;
- f) Secar em temperatura ambiente, deixando-as de forma que escoe a água.

3.1.2 Preservação:

Após a secagem, quando aplicável, adicionar os devidos preservantes nos frascos e vedá-los corretamente. Colocar as etiquetas com a informação dos preservantes contidos nos frascos e preservar os frascos, conforme Tabela 1:

Tabela 1 - Quantidade de preservantes adicionados aos frascos de amostragem de amostras ambientais.

Ensaio	Tipo de frasco	Preservante	Quantidade (mL)
Cianeto	PEAD 100 mL	NaOH 6 M	0,3 (aproximadamente 6 gotas)
Sulfeto	PEAD 100 mL	Solução acetato de zinco	0,2 (aproximadamente 4 gotas)
		NaOH 6 M	0,4 (aproximadamente 8 gotas)
DQO, Fenóis, COT, OG Nitrogênios, Matéria orgânica,...	Vidro âmbar 1L	H ₂ SO ₄ concentrado	2,0
Sulfito	Vidro âmbar 200 mL	EDTA	2,0
Metais, metais dissolvidos ¹ e fósforo	PE 100 mL	HNO ₃ concentrado	0,25 (aproximadamente 5 gotas)
VOCs ² (BTEX,...)	VIAL de 40 mL	HCl 1:1	0,2 (aproximadamente 4 gotas)
Cromo hexavalente (Cr ⁶⁺)	PE 250 mL	Solução tampão (NH ₄) ₂ SO ₄ + NH ₄ OH	1
Oxihalatos (Clorito, Clorato, Bromato)	PE 100 mL	EDA 100 mg/mL ³	0,05 ⁴
Pesticidas Polares	Vidro âmbar 100 mL	Tiosulfato de sódio 8% m/V	0,1
Ácidos Haloacéticos	Vidro âmbar 100 mL	Cloreto de amônio P.A. (NH ₄ Cl)	10 mg (0,01 g)

¹Amostras com metais dissolvidos que não foram filtradas a campo (geralmente amostradas por Clientes) devem ser coletados em frasco sem preservação e acidificado após a filtração no Recebimento ou no Setor de Metais.

²Vials com fita preta são para o ensaio de VOC.

³Solução preparada no Setor de Cromatografia.

⁴0,05 mL = 50 µL.

Fechar os frascos com as suas devidas tampas. Para os vials atentar para que a face do septo de PTFE (camada mais fina) esteja voltada para a parte interna do mesmo.

Tabela 2 - Tipos de frascos sem preservantes para cada grupo de ensaios.

Ensaio	Tipo de frasco
Ensaio FQ para águas e efluentes	PE 1000 mL com tampa branca
Ensaio FQ para águas para consumo humano	PE 500 mL com tampa vermelha
Ânions	PE 100 mL

Nota 2: Os frascos identificados com fita vermelha e/ou tampa vermelha são destinados para amostras de água para consumo humano.

3.1.3 Montagem de kits de amostragem

- Imprimir os Planos de Amostragem disponíveis no módulo Agenda de Coletas, conforme PA-115;
- Verificar qual a matriz que será amostrada (águas, efluentes, solos,...);
- Separar um branco de temperatura e os frascos, conforme solicitado no Plano de Amostragem. Colocar esse último em saco plástico;
- Se houver mais de um ponto de amostragem agendado no mesmo Orçamento, separar em sacos plásticos com os devidos frascos e com o respectivo Plano de Amostragem.

Nota 3: As águas para consumo humano têm caixas de isopor, gelos e brancos de temperatura separados com identificação diferenciada.

Nota 4: Para amostras que solicitam os ensaios de metais dissolvidos, além do frasco de amostragem deve ser enviado junto uma seringa de 50 ou 60 mL e um filtro de policarbonato ou éster de celulose de 0,45 µm para filtração de 1 L, compondo um kit para cada amostra.

3.2 Amostras de alimentos e swab

As instruções descritas nesse procedimento estão baseadas nas instruções constantes nos guias analíticos para amostras de alimentos, como Manual do Instituto Adolfo Lutz, Manual de Métodos Oficiais para Análise de Alimentos de Origem Animal (MAPA), AOAC, normas ISO, legislações aplicáveis a alimentos, dentre outras.

Para alimentos, a preservação é conforme embalagem do fabricante e/ou dados fornecidos por cada Cliente.

As amostras deverão ser recebidas pelo guichê exclusivo para esse fim (sempre que possível, medir a temperatura na frente do Cliente e/ou Fiscal) e as portas de acesso da sala de Recebimento devem permanecer fechadas durante a manipulação (recebimento e preparo, quando aplicável) de amostras de alimentos.

3.2.1 Especificações para amostras de alimentos

As amostras deverão ser recebidas em embalagens íntegras, secas, sem furos, cortes ou qualquer tipo de violação, acompanhadas do FR115 preenchido. Inspeccionar cada amostra, registrando os dados necessários no FR115 ou do respectivo Plano de Amostragem, assim como outras informações sobre a identificação de cada amostra. Caso a amostra não esteja acompanhada do FR115, cabe ao responsável do Recebimento, imprimir o formulário e preencher com as informações necessárias.

Examinar, cuidadosamente, cada amostra para verificar indicações de anormalidade que se manifestem em seu aspecto físico, formação de gás, cheiro, alteração de cor, condições da embalagem e registrar essas informações no campo Observações do FR115 ou do respectivo Plano de Amostragem.

Ao receber a amostra, o responsável deverá avaliar se a mesma está de acordo com o Orçamento aprovado. No nome da amostra deve estar identificado o tipo de alimento (característica da matriz, produto em maior proporção, bebidas alcólicas é necessário especificar o teor alcóólico, para que seja tratado corretamente nos setores, evitando danos aos equipamentos).

Quando tiver amostras para ensaios físico-químicos, microbiológicos e microscópicos deverão ser recebidas três alíquotas idênticas (de mesmo lote, preferencialmente), mais a contraprova. Além disso, amostras com os ensaios de *Dripping test*, Brix (apenas para conservas, como salmouras) e Atividade de água não podem ser manipuladas no Recebimento, devem ser encaminhadas (somente descaracterizadas) para os Setores responsáveis. No caso do recebimento de uma alíquota apenas, a mesma deverá ser encaminhada primeiramente para o setor de Microbiologia, que realizará o fracionamento. Sugere-se amostras com no mínimo 250 g para cada alíquota (exceto para ensaios de Matérias estranhas macro e microscópicas que necessitam 500 g), além de uma alíquota para contraprova. Eventualmente, o Cliente poderá solicitar somente um ensaio e a quantidade de amostra será a definida no software QualiLIMS, além de uma alíquota para contraprova.

Após, a inspeção visual, deve-se cadastrar a amostra no software QualiLIMS e imediatamente fixar a identificação (número) na amostra. Fotografar as embalagens com as seguintes informações, quando aplicável:

- Identificação da amostra (nome e marca);

- Tabela nutricional (verificar se a foto está legível, a foto deve ser tirada de perto);
- Lista de ingredientes (verificar se a foto está legível, a foto deve ser tirada de perto);
- Lote, fabricação e validade;
- Quando possível, retirar o rótulo da embalagem e fotografar as informações acima.

A descaracterização consiste em retirar, ocultar qualquer informação que possibilite ao analista identificar o Cliente, como marca e/ou fabricante, endereço, garantindo desta forma, a imparcialidade dos resultados analíticos.

Para amostras líquidas e/ou pastosas que forem solicitados ensaios físico-químicos, de metais e cromatográficos: partes da embalagem deverão ser cobertas por fita adesiva do tipo *silver tape* ou equivalente, que garanta a impossibilidade de reconhecimento do Cliente, identificadas apenas com a numeração interna do laboratório. Quando recebida apenas uma alíquota, transferir de forma homogênea (agitar a amostra a fim de homogeneizar completamente antes da transferência) parte da amostra para uma frasco de plástico de primeiro uso e armazenar a mesma como contraprova na sala de Contraprovas.

Para as amostras recebidas congeladas, manter em congelador (*freezer*) e as amostras refrigeradas, manter em refrigerador, até o seu preparo/homogeneização. Amostras abertas devem seguir as instruções do fabricante quanto a forma de armazenamento no Setor de destino e na forma de armazenar a contraprova.

A amostra após identificada (cadastrada no QualiLIMS), deverá ser encaminhada ao setor de preparo de amostras, onde será manuseada de acordo com sua característica, quando aplicável.

3.2.1.1 Observações para inspeção de alguns alimentos e swab

- Ovos *in natura*: para ensaios microbiológicos é necessário no mínimo 1 dúzia;
- Ensaio de *Dripping test* em aves congeladas: são necessárias 6 carcaças;
- As amostras de alimentos devem seguir temperatura de recebimento e armazenamento, conforme indicado na embalagem da amostra de cada Cliente, quando disponível;
- Amostras de carnes e miúdos de bovinos, bubalinos e suínos *in natura* refrigeradas devem ser recebidas até 7°C (Portaria MAPA - 304, de 22/04/1996 e ABNT NBR ISO 7218);
- Para amostras fiscais do MAPA: as amostras de produto congelado devem ser avaliadas unicamente por meio de avaliação tátil, devendo mostrar-se sólidas, sem sinais de descongelamento em nenhuma parte do produto. Satisfeita esta condição, o laboratório deve registrar a condição de recebimento da amostra como “congelado sólido”. Amostras de produtos congelados que não se apresentem na condição de congelado sólido, quando de sua chegada ao laboratório, devem ser rejeitadas, conforme determina o MAPA. Deve ser tomada sua temperatura para registro no campo Observações do FR115 ou do respectivo Plano de Amostragem;
- As amostras com ensaios microbiológicos deve seguir instruções, conforme ABNT NBR ISO 7218, listados abaixo:
 - produtos estáveis: temperatura ambiente (abaixo de 40°C);
 - produtos congelados: abaixo de -15 °C, de preferência abaixo de -18 °C;
 - outros produtos não estáveis à temperatura ambiente (refrigerados): 1 a 8 °C;

- amostras de SWABs: até 8°C.

3.2.1.2 Cuidados com amostras para ensaios microbiológicos e microscópicos

Para as amostras de alimentos ou rações que forem solicitados ensaios microbiológicos e microscópicos, as mesmas não deverão ser manipuladas no Setor de preparo de amostras, mas sim encaminhadas ao Setor de Microbiologia ou Microscopia na embalagem recebida, devidamente descaracterizada.

As embalagens dessas amostras deverão ser higienizadas com álcool etílico 70% e papel toalha antes e após a descaracterização (deverão ser ocultadas/cobertas as informações que possam identificar o Cliente). Logo após colocar em caixa plástica fechada e apropriada para a movimentação dessas amostras até o Setor de Microbiologia e/ou Biologia - Alimentos ou câmara fria exclusiva para Alimentos e águas para consumo humano, na qual há uma outra caixa plástica fechada e apropriada para o armazenamento dessas amostras que necessitam de refrigeração até a realização dos ensaios.

3.2.1.3 Preparo de amostras de alimentos para ensaios físico-químicos e analíticos (metais e cromatográficos)

Este item aplica-se as amostras de alimentos e rações, exceto para as amostras com os ensaios de Atividade de Água, Brix (apenas para conservas, como salmouras) e *Dripping Test*.

Antes de abrir os enlatados, observar se há estufamento das latas e, depois de abertos, o estado interno das mesmas. Registrar essas informações no campo Observações da amostra no FR115 ou no respectivo Plano de amostragem.

Para as amostras que forem solicitados os ensaios físico-químicos e analíticos, proceder conforme abaixo:

- **amostras sólidas:** deverão ser moídas/trituradas com auxílio do liquidificador, do minicutter e/ou outro equipamento (moedor, moinho,...) para redução do tamanho das partículas, facilitando assim, a realização dos ensaios e a homogeneização da amostra:

- As amostras de carne e produtos cárneos devem ser separadas dos ossos, pele ou couro. Para isso, com auxílio de garfo, faca e tábua de corte, retirar porções comestíveis de diferentes pontos da amostra;
- No caso de pescado, devem-se retirar as diferentes partes não comestíveis da amostra (pele e espinhas), utilizando somente o filé;
- Nos casos de carne/peixe sem pele e sem osso, triturar toda a amostra;
- Dependendo do tipo de ensaio solicitado, descascar (quando for o caso) e utilizar somente as partes comestíveis das amostras;
- Alimentos em conserva, como salmouras: não processar os temperos e o líquido junto ao alimento no preparo dessas amostras;
- Demais detalhes podem ser consultados o PE-219, itens 4.3 e 8.

Após cada preparo de amostra, colocar a amostra preparada em saco tipo Zip Lock ou frasco plástico, identificado com o número da amostra.

- **amostras líquidas:** deverão ser homogeneizadas no próprio frasco através de agitação, ou se necessário, com auxílio de liquidificador. Em casos onde haja precipitação/decantação de algum precipitado, em que não é possível a homogeneização, enviar a alíquota no frasco de origem, devidamente descaracterizado, para os Setores envolvidos. É de suma importância nesses casos, que o Cliente envie duas alíquotas, uma para análise e outra para ser guardada como contraprova.

As amostras descaracterizadas, preparadas e identificadas deverão ser enviadas em uma alíquota única para os Setores dos ensaios solicitados (Físico-química, Metais e Cromatografia) e deverão ser encaminhadas o mais rápido possível para análise. Em caso de haver ensaios nesses 3 Setores, a abertura da alíquota será realizada pelo Setor de Metais para evitar possíveis contaminações, seguida por Físico-química para evitar modificações nas características da amostra.

As amostras deverão preferencialmente ser preparadas no mesmo dia do ensaio ou na parte da tarde do dia anterior, a fim de preservar as características da amostra. Amostras abertas devem seguir as instruções do fabricante quanto a forma de armazenamento.

Higienizar todos os utensílios e bancadas com água da torneira, detergente neutro e álcool 70%, quando necessário.

3.2.1.3.1 Preparo de amostras de alimentos para ensaios de Atividade de Água e *Dripping Test*

As amostras de alimentos ou rações que forem solicitados o ensaio de Atividade de Água não deverão ser manipuladas no Setor de preparo de amostras, mas sim encaminhadas ao Setor de Físico-Química Alimentos devidamente descaracterizada, preferencialmente na embalagem original.

As amostras de alimentos que forem solicitados o ensaio de *Dripping Test* deverão ser armazenadas em congelador (cerca de -18°C) até o momento da análise. As mesmas devem ser embaladas em saco plástico de primeiro uso e nele deve ser colada a etiqueta com a numeração da amostra. É imprescindível manter a integridade da amostra para garantir os resultados desse ensaio.

3.2.1.4 Amostras de contraprovas

Amostra de contraprova é parte da amostra, mantida em poder do detentor, destinada à perícia de contraprova. Essa alíquota não deve ser manipulada, somente identificada com o número da amostra da EcoCerta.

Quando cancelar os Relatórios de Ensaio para a reanálise, fazer a reanálise com a contraprova, se houver. Caso não haja contraprova, solicitar ao Cliente uma amostra do mesmo lote.

Amostras de origem animal (MAPA) que não são passíveis de realização de análises de contraprova:

- produtos em natureza ou com validade inferior a 30 dias, como estabelecido no Parágrafo Único do Art. 91 do Decreto no 5741/2006, de 30 de março de 2006;
- amostras destinadas à análise microbiológica, conforme descrito no inciso IV, §3o, Art. 470 do Decreto no 9013, de 29 de março de 2017;
- amostras não conformes nos ensaios de nitritos e nitratos;
- amostras não conformes no ensaio de lactose em produtos declarados "Zero Lactose".

EcoCerta

PGQ-018

MANUSEIO E ARMAZENAMENTO DE ITENS DE ENSAIO

22

28/07/2023

Amostras recebidas com quantidade insuficiente para contraprova: incluir a frase no campo Observação do item de inspeção "Quantidade de amostra recebida (g ou mL)", que constará no Relatório de Ensaio: "Quantidade de amostra recebida insuficiente para amostra de contraprova".

Amostra de contraprova de ensaios terceirizados devem ser tratados, conforme ensaios realizados na EcoCerta, ou seja, manter uma alíquota de amostra de contraprova.

As amostras de contraprova devem ser mantidas em ambiente adequado, conforme instruções do Cliente (verificar informações disponíveis na embalagem). As amostras de contraprova que devem ser armazenadas em temperatura ambiente devem ser dispostas em caixas plásticas fechadas.

CÓPIA CONTROLADA

3.3 Amostras de Higiene Ocupacional (HO)

Após a aprovação do Orçamento de HO, o Comercial encaminha um email com o nº da Ordem de Serviço (OS) e o contato do Cliente para agendamento da amostragem. Verificar a necessidade de solicitação de amostradores de laboratórios terceirizados e a previsão de entrega dos mesmos. Com a definição dessa data, faz-se o agendamento no QualiLIMS (módulo Agenda de Coletas), para posterior impressão dos Planos de Amostragem. Separar os amostradores para os coletadores, conforme os respectivos Planos de Amostragem.

Os amostradores (preparo e preservações), vazão e volume estão definidos para cada ensaio, conforme o método utilizado (NIOSH, OSHA,...), cadastrados no QualiLIMS e visíveis nos respectivos Planos de Amostragem. Informações sobre o preparo de amostradores de HO estão descritas no PA-067.

3.3.1 Montagem de kits de amostragem de Higiene Ocupacional

- Imprimir os Planos de amostragem disponíveis no módulo Agenda de Coletas;
- Fazer a verificação da quantidade de pontos de amostragem e quantidade de planos impressos;
- Verificar a necessidade de solicitação de amostradores terceirizados, se necessário, solicitar via email para o laboratório terceirizado para cada ensaio;
- Separar os amostradores conforme os planos de amostragem.

Nota 5: Para amostragens realizadas pela EcoCerta, para cada tipo de amostrador enviar ao menos 1 amostrador sobressalente (reserva). Caso haja mais de 10 amostragens com um determinado amostrador, enviar 2 amostradores reserva. Não aplicável para amostradores de ensaios terceirizados.

3.4 Recebimento, avaliação e identificação de amostras

O recebimento das amostras ocorre preferencialmente de segunda-feira a sexta-feira, das 8 às 12 h e das 13 h às 17 h e 48 min, podendo ocorrer em horário diferenciado em função das demandas. As amostras, após coleta, são encaminhadas ao setor de Recebimento (amostras ambientais) e Recebimento Alimentos (amostras de alimentos, Swab, águas para consumo humano, amostras de Higiene Ocupacional) e Setor de HO (amostras de Higiene Ocupacional), onde é feita uma conferência dos dados constantes no respectivo Plano de amostragem ou no FR058-Requisição de ensaios/Cadeia de custódia (para amostras ambientais) ou FR115-Requisição de Ensaios em Alimentos ou FR168-Requisição de Ensaios em SWAB ou FR151-Requisição de Ensaios ou cadeia de custódia HO, com os dados presentes nos frascos ou embalagens ou amostradores do respectivo Orçamento.

Para amostras ambientais e de alimentos, medir e registrar a temperatura da amostra e/ou do branco, quando aplicável.

Nota 6: No caso de recebimento de amostras ambientais coletadas por algumas consultorias, inicialmente são conferidas as informações dos frascos com o FR058. Após essa conferência, os FR058 retornam para o Setor Comercial para dar continuidade ao processo (conferência dos dados e elaboração do Orçamento). Após a aprovação da Análise Crítica e do Cliente, o Setor de Logística realiza o agendamento e a associação do Plano de amostragem. Depois disso, os FR058 retornam para o Recebimento identificadas com o número do Orçamento para transferência dos dados para o QualiLIMS.

Após, são inseridos os dados constantes no Plano de Amostragem ou FR058 ou FR115 ou FR151 ou FR168 no sistema QualiLIMS e as amostras são avaliadas criticamente pelo responsável do Recebimento de cada tipo de amostra, ou seja, as mesmas passam por uma avaliação de aceitação, a fim de verificar se as condições (quantidade, preservação, frascos, validade, temperatura no Recebimento, dentre outros itens) da amostra podem afetar os resultados dos ensaios. Os itens de inspeção dependem do tipo de matriz (Ambiental, Alimentos e Higiene Ocupacional) e estão cadastradas frases mais recorrentes para facilitar o entendimento de cada item, que podem ser observados no PA-112.

Ao finalizar a inspeção da amostra é enviado ao Cliente, via e-mail, o Recibo da Inspeção da Amostra (FRQ-023), com a previsão da publicação do respectivo Relatório de Ensaio. Quando a amostra é classificada como Não Conforme, é anexado juntamente o FR053-Autorização para realização de ensaios. Nesse último caso, o Cliente pode optar por substituir a amostra, cancelar ou dar continuidade ao serviço. Para isso, o Cliente pode preencher o formulário FR053, enviado pelo sistema QualiLIMS, respondendo para o e-mail: recebimento1@ecocerta.com, recebimento2@ecocerta.com, recebimento4@ecocerta.com (para amostras ambientais), recebimento3@ecocerta.com (para as amostras de Alimentos, águas para consumo humano, Swab,...) e higieneocupacional1@ecocerta.com (para as amostras de HO), a resposta deverá ser enviada para o e-mail do responsável pelo recebimento da amostra em questão, conforme cadastrado no QualiLIMS. Essa informação pode ser registrada no campo Observação Interna no QualiLIMS ou mantidos arquivados os e-mails recebidos dos Clientes. Para evitar um maior comprometimento das amostras Não conformes, elas podem ser recebidas e iniciados os processos de ensaio, antes do retorno do Cliente.

Após a conferência inicial, as amostras são descaracterizadas, recebendo uma numeração sequencial. O número da amostra gerado e outros dados do Recebimento são registrados no respectivo Plano de amostragem ou FR058 ou FR115 ou FR151 ou FR168, conforme a matriz.

As etiquetas geradas devem ser colocadas nas respectivas alíquotas (frascos), embalagens ou amostradores, conforme o preservante e/ou tipo de frasco (quando aplicável), descaracterizando as informações contidas no frasco e/ou embalagem. Posteriormente, deverão ser encaminhadas para os devidos ambientes (refrigerado, congelador ou ambiente) dos setores específicos para cada ensaio, quando aplicável.

Nota 7: Amostras de ensaios de proficiências não devem ser descaracterizadas (não cobrir os dados dos provedores de EP), somente devem ser identificadas com o número sequencial e enviadas para os respectivos Setores.

No recebimento da primeira amostra de Cliente novo, é enviado automaticamente login e senha para acesso aos Relatórios de Ensaio e de amostragem (quando aplicável) pelo site www.ecocerta.com.

3.5 Armazenamento e manuseio

Nos Setores, após recebimento e avaliação, as amostras ambientais e de alimentos refrigerados são armazenadas até o momento da análise, em geladeiras e/ou câmaras frias, com temperaturas controladas (FR012), sendo a faixa ideal de armazenamento ≤ 6 °C. As amostras de alimentos secos deverão ser armazenados em temperatura ambiente em armários fechados ao abrigo da luz e da umidade.

Os amostradores de HO são armazenados, conforme respectivo Plano de amostragem (ambiente, refrigeração ou congelamento) em locais identificados.

As amostras de cada Setor, conforme os ensaios solicitados, são armazenadas em geladeiras e/ou câmaras frias separadas, dispostas em ordem sequencial do número das amostras ou caixas identificadas.

Para o caso de ensaios de ecotoxicidade, geralmente as amostras são estocadas em *freezer* no próprio Setor. As amostras de ensaios de ecotoxicidade podem ser descongeladas naturalmente ou em banho-maria ($T < 30$ °C) no momento do uso.

As amostras ambientais dos Setores Metais, Cromatografia e Microbiologia são retiradas do ambiente refrigerado (geladeira e/ou câmara fria) e tratadas conforme os ensaios requeridos. As amostras ambientais da Físico-Química são retiradas do ambiente refrigerado no momento da análise (atentar para os ensaios que requerem as amostras em temperatura ambiente para a realização do mesmo), e recolocadas no ambiente refrigerado até a finalização dos ensaios daquela alíquota.

3.5.1 Organização das câmaras frias

Após o recebimento, as amostras ambientais são armazenadas nas câmaras frias na sequência de numeração que foi determinada pelo sistema. As câmaras frias estão identificadas com o primeiro e o último número das amostras ambientais guardadas nela, para facilitar a localização das amostras pelo Setor de Físico-Química (FQ).

A guarda das amostras nas câmaras frias utilizadas pela FQ é realizada após a amostra anterior, no sentido da porta para o fundo da câmara fria, em ordem crescente. A colocação na ordem, em colunas, é da esquerda para a direita até o final da prateleira. Na prateleira seguinte, segue a mesma forma de organização e assim sucessivamente. Nas amostras ambientais que contêm frasco sem preservante, este é o primeiro a ser armazenado seguido pelos demais. Os frascos para os ensaios de Sulfeto e Cianeto são colocados em caixas específicas ou locais identificados, separando as alíquotas para análises e as já analisadas.

As amostras de água para consumo humano (alguns frascos tem marcação ou tampa vermelha para diferenciar dos demais), são armazenadas na câmara fria de Águas e Alimentos, bem como alimentos e amostradores de HO refrigerados. Nessa câmara fria também são armazenadas as amostras de água para consumo com ensaios microbiológicas e alimentos que necessitam de refrigeração.

As amostras do Setor de Cromatografia estão organizadas por análise no sentido da porta para o fundo da câmara fria, em ordem crescente. A colocação na ordem, em colunas, é da esquerda para a direita até o final da prateleira.

As amostras do Setor de Metais são separadas logo após o Recebimento conforme a necessidade ou não de digestão da amostra. Para as amostras que não precisam ser digeridas (amostras de águas em geral), uma alíquota é transferida para tubos Falcon e essa alíquota é armazenada na geladeira até o momento do ensaio. Amostras que precisam ser digeridas (efluentes) são armazenadas na geladeira no próprio Setor até o momento da digestão em ordem numérica e conforme análises solicitadas. As amostras de solo com o ensaio de Cromo hexavalente (Cr^{6+}), que necessitam de refrigeração, também são armazenadas em geladeira no Setor de Metais.

3.5.2 Descarte e reorganização das câmaras frias

Imprimir a lista de Descarte no módulo Analítico do software QualiLIMS e retirar essas amostras das câmaras frias e dos demais locais, inclusive as amostras de contraprova. Enviar as amostras para o Setor de Descarte, em caixas identificadas com a data de descarte colada.

Com a finalização da retirada de amostras das câmaras frias, é feita uma verificação no sistema de amostras com numeração anterior (mais antiga) para verificar se as mesmas também já podem ser descartadas. Em caso positivo, as mesmas são encaminhadas para o descarte e lavagem. As amostras restantes são reorganizadas, conforme a ordem determinada no item 3.5.1, reorganizando as amostras restantes para próximo do fim, ou seja, o início é deslocado para próximo do fim, liberando espaço para armazenamento das demais amostras.

4. REFERÊNCIAS

ABNT NBR 9898:1987 - Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores.

ABNT NBR 15469:2021 - Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras.

Guia nacional de coleta e preservação de amostras - Águas, sedimentos, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Agência Nacional de Águas, Ministério do Meio Ambiente, 2011.

Standard Methods for the examination of water and wastewater. American Public Health Association, 2023.

EcoCerta

PGQ-018

MANUSEIO E ARMAZENAMENTO DE ITENS DE ENSAIO

22

28/07/2023

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1.: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos, 1. ed. digital. São Paulo: IMESP, 2008.

Métodos Oficiais para Análise de Produtos de Origem Animal / Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Brasília: MAPA, 2022.

Manual de Procedimentos para Laboratórios - Área de Microbiologia e Físico-química de Produtos de Origem Animal. Brasília: MAPA, 2022.

CÓPIA CONTROLADA