

Validação da metodologia de determinação de óleos e gorduras em águas residuais

Cristina de Jesus Cerqueira da Silva

Relatório de estágio apresentado a Escola Superior Agrária de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Licenciatura em Engenharia Biológica e Alimentar, realizada sob a orientação científica da Prof. Maria da Conceição Mesquita dos Santos do Departamento de UTC Ciências da Vida e dos Alimentos da Escola Superior Agrária de Castelo Branco do Instituto Politécnico de Castelo Branco

“As doutrinas expressas neste trabalho são da inteira responsabilidade do seu autor”

Agradecimentos

Em primeiro lugar, quero agradecer aos meus pais por todo o esforço que fizeram ao longo dos 3 anos de universidade, durante e após a realização do presente estágio, por toda a confiança e incentivo dado, pois sem eles não era capaz de chegar até aqui.

A minha irmã e cunhado pelo incentivo e apoio nos momentos menos bons.

Ao Bruno, por todo o apoio, confiança e incentivo dado em todas as horas, momentos bons e menos bons.

A todos os amigos, que sempre me incentivaram a continuar, mostrando que era capaz.

A professora Conceição Mesquita, por ter aceite ser orientadora do presente estágio, por toda a disponibilidade, acompanhamento e ajuda dedicada.

A Dra. Ana Martins, directora da empresa Controlvet - Segurança Alimentar, por me ter aceite como estagiária.

Ao Eng. Vitor Gaspar, por todo o acompanhamento na empresa durante o estágio, a disponibilidade demonstrada e por todo o esclarecimento de dúvidas surgidas.

A Dra. Elsa Cancela, pela disponibilidade em me ajudar mesmo quando se encontrava cheia de trabalho e pela confiança transmitida em termos profissionais.

A toda a equipa de trabalho do laboratório físico-químico da empresa Controlvet, por me terem acolhido com um sorriso.

A todos aqueles que directa ou indirectamente colaboraram e apoiaram este trabalho.

Um Obrigado a Todos!

Palavras chave

Águas residuais; Óleos e gorduras; Validação de métodos analíticos

Resumo

A crescente exigência em relação à qualidade de um resultado relativamente a uma determinação analítica, pressupõe que os laboratórios disponham de critérios e meios objectivos que lhes permitam demonstrar a precisão e exactidão dos seus resultados. A validação de um método analítico constitui uma das ferramentas essenciais dos laboratórios para garantirem que os ensaios que desenvolvem conduzem a resultados credíveis e adequados à qualidade pretendida.

Neste trabalho efectuou-se o estudo da validação do método de determinação de óleos e gorduras através da extracção por Soxhlet. Para efectuar a validação estudaram-se diversos parâmetros, tais como a especificidade e selectividade do método, limites de quantificação e detecção, precisão e incerteza do método.

A análise global dos resultados permite verificar que o método é específico e selectivo. Quanto à determinação dos limiares analíticos, verificou-se que apesar de todas as alterações efectuadas ao nível do procedimento analítico, para obter o valor de branco esperado, este indica que o método ainda apresenta erros de carácter sistemático ou aleatório. De facto, através da determinação da repetibilidade e da elaboração da carta de duplicados, verificou-se que o método apresenta boa precisão, embora a análise da carta de duplicados indique a necessidade de ter em atenção possíveis erros aleatórios. No que se refere à incerteza do método, os resultados obtidos permitem concluir que o método apresenta uma incerteza dentro do critério de aceitação.

Assim, podemos considerar que o método de determinação de óleos e gorduras testado, nas condições em que é praticado, permite a obtenção de resultados com a qualidade pretendida pelo laboratório em questão e se encontra sob controlo.

Keywords

Waste water; Oils and fats; validation of analytical methods

Abstract

The growing demand in relation to the quality of a result in relation to an analytical determination, assumes that the laboratories have criteria and objective means to allow them to demonstrate the precision and accuracy of their results. Validation of an analytical method is one of the essential tools to ensure that laboratories carrying out tests lead to credible results and appropriate to the desired quality.

This work was carried out if the validation study of the method, determination of fats and oils by Soxhlet extraction. To perform validation studied several parameters, such as the specificity and selectivity of the method, quantification and detection limits, precision and uncertainty of the method.

The overall analysis of the results allows you to verify that the method is specific and selective. As regards the determination of analytical thresholds, it was found that despite all the changes made at the level of analytical procedure, to obtain the value of white expected, this indicates that the method still presents systematic or random errors.

In fact, through the determination of repeatability and drafting the Charter of duplicates, it was found that the method has good accuracy, although the analysis of the duplicate letter indicate the need to take into consideration possible random errors. With regard to the uncertainty of the method, the results obtained suggest that the method introduces uncertainty within the acceptance criterion.

Thus, we can consider that the method, determination of oils and fats tested under the conditions in which it is practiced, allows obtaining results with the quality required by the laboratory in question and is under control.

Índice geral

Agradecimentos.....	iii
Resumo.....	iv
Abstract.....	v
Índice geral.....	vi
Índice de figuras	viii
Índice de tabelas.....	ix
Índice de equações	x
1. Introdução e objectivos.....	1
2. Validação de um método analítico.....	3
2.1. Especificidade e Selectividade.....	3
2.2. Limiares analíticos.....	4
2.3. Critério de aceitação de brancos.....	4
2.4. Precisão.....	5
2.4.1 Repetibilidade.....	5
2.4.2 Reprodutividade.....	6
2.4.3 Precisão intermédia.....	6
2.5. Cartas de controlo.....	7
2.6. Exactidão.....	8
2.7. Incerteza de um método de ensaio.....	10
3. Validação do método de determinação de óleos e gorduras em águas residuais	11
3.1. Caracterização da empresa.....	11
3.2. Caracterização de águas residuais - óleos e gorduras.....	11
3.3. Material e métodos.....	12
3.3.1 Análise do composto alvo: óleos e gorduras	12
3.3.2 Material e reagentes utilizados	14
3.4. Critérios de Qualidade.....	15
3.5. Resultados e discussão.....	16
3.5.1 Estudo da Selectividade.....	16
3.5.2 Estudo dos limiares analíticos.....	17
3.5.3 Estudo do Critério de aceitação de brancos	20
3.5.4 Estudo da Precisão.....	21
3.5.6.1 Repetibilidade	21
3.5.6.2 Precisão intermédia	21
3.6. Estudo da Incerteza do método.....	23
4. Considerações finais.....	24
5. Referências Bibliográficas.....	25
Anexos	
Anexo I - Excerto do Decreto-Lei 236/98 de 1 de Agosto.....	31
Anexo 2 – Fotografias da realização da técnica 5520D.....	35

Anexo 3 – Folha utilizada para os registos das análises efectuadas.....	39
Anexo 4 – Folhas de excel adaptadas ao método para o futuro controlo do processo por parte da empresa.....	41

Índice de figuras

Figura 1 - Aparelho extractor Soxhlet da marca VELP SER 148 RS 232.....	15
Figura 2 - Representação gráfica do estudo de detecção de erros experimentais através do branco.....	19
Figura 3 - Representação gráfica da variação da repetibilidade ao longo das diferentes leituras.....	21
Figura 4 - Carta de duplicados.....	23

Índice de tabelas

Tabela 1 - Percentagens de recuperação.....	16
Tabela 2 - Estudo de detecção de erros experimentais através de brancos	17
Tabela 3 - Brancos realizados para o estudo dos limiares analíticos	20
Tabela 4 - Brancos realizados para o estudo do critério de aceitação de brancos	20
Tabela 5 - resultados da repetibilidade para 10 análises a amostra 2719	21
Tabela 6 - duplicados realizados para o estudo da precisão intermédia	22

Índice de equações

Equação 1- Recuperação.....	3
Equação 2- Limite de detecção.....	4
Equação 3- Limite de quantificação.....	4
Equação 4- Coeficiente de variação.....	5
Equação 5- Limite de repetibilidade.....	5
Equação 6- Desvio padrão da repetibilidade.....	6
Equação 7- Coeficiente de variação da repetibilidade.....	6
Equação 8- Erro relativo da repetibilidade.....	6
Equação 9- Linha Central.....	8
Equação 10- Amplitude relativa.....	8
Equação 11- Linha de controlo.....	8
Equação 12- Linha de aviso.....	8
Equação 13- Erro relativo da exactidão.....	9
Equação 14- Factor Z.....	10
Equação 15-Incerteza Combinada.....	10
Equação 16- Incerteza expandida.....	10
Equação 17-Incerteza de percentagem de valor relativo.....	10
Equação 18-Incerteza baseada na precisão intermédia.....	10
Equação 19-Incerteza baseada em recuperações.....	11
Equação 20-Concentração de óleos e gorduras em águas residuais (técnica de decantação)	13
Equação 21-Concentração de óleos e gorduras em águas residuais (técnica de extracção Soxhlet.....	14