



Atividades realizadas no laboratório de físico-química da empresa ALS

Beatriz Sofia Gonçalves Moreira

Orientadores

Prof.º Adjunto José S. T. Monteiro

Técnica Superior Elizabete Almeida

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária de Castelo Branco do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Técnico Superior em Análises Químicas e Biológicas, realizada sob a orientação científica da Técnica Superior Elizabete Almeida e do Professor Doutor José Monteiro, do Instituto Politécnico de Castelo Branco.

Julho, 2024

Agradecimentos

Este foi um longo caminho percorrido e entusiasmante, que não foi possível sem todas as pessoas que estiveram à minha volta ao longo destes meses e deram-se forças para continuar a quem agradeço eternamente.

Aos meus pais e irmã, que, mesmo com todos os contratemplos e problemas que foram surgindo, conseguiram pôr-me um sorriso na cara e que, mesmo não estando todos os dias comigo, foram uma grande força e fizeram de tudo para que eu chegasse onde estou.

Aos meus amigos, por não me facilitarem a vida, porque não tinha tanto tempo para convivermos, mas que mostraram o seu apoio até nas mínimas coisas e estiveram lá sempre.

Às técnicas Elizabete e Virgínia, que me acompanharam por uns 5 atribulados meses, entre risadas, brincadeiras, desesperos e vontades de ir de férias, mas que se tornaram uma grande inspiração do que é trabalho de equipa e profissionalismo, mas também de amizade e integração e que me acolheram da forma mais carinhosa que pudesse imaginar.

À Professora Conceição Mesquita e ao Professor José Monteiro, por me terem sempre apoiado, mesmo que o contacto no dia-a-dia fosse escasso, mas que sempre estavam disponíveis para ajudar e orientar.

Por fim, agradeço à empresa ALS – Life Sciences Portugal, S.A. pela oportunidade de acompanhar a vida num laboratório e tudo ao seu redor.

CENTRO 2030
PROGRAMA REGIONAL DO CENTRO
Os Fundos Europeus mais próximos de si.



Resumo

O relatório apresentado tem como finalidade descrever as atividades realizadas no tempo de estágio no laboratório de físico-química da empresa ALS – Life Sciences Portugal, S.A., que se situa na zona industrial de Castelo Branco.

As atividades realizadas dividiram-se em várias áreas do laboratório, pela parte química e física e também pela parte funcional do laboratório. Foram feitas diversas análises na área química, entre elas, a preparação de padrões e de retas e de verificação, duplicados e recuperações nos ensaios de condutividade, turvação, atividade da água, oxidabilidade, cloretos, nitratos, nitritos, cor e cor visual, cheiro e sabor, e DPH. Foram feitos outros tipos de análises como o teor de tiosulfato de sódio em frascos de recolha de microbiologia, os produtos DPH, a aprovação, separação e descarte de amostras e preparação de kits.

Os objetivos principais passaram pela aquisição de competências em local de trabalho, a aprendizagem de novos métodos e análises novas, a preparação de toda a área de trabalho, bem como, o registo de resultados obtidos no sistema e em CQI.

Palavras chave

Análises; Métodos; Padrões; Águas.

Abstract

The report presented aims to describe the activities carried out during the internship in the physical chemistry laboratory of the company ALS – Life Sciences Portugal, S.A., which is located in the industrial zone of Castelo Branco.

The activities carried out were divided into several areas of the laboratory, the chemical and physical part and also the functional part of the laboratory. Several analyzes were carried out in the chemical area, including the preparation of standards and lines and verification, duplicates and recoveries in tests of conductivity, turbidity, water activity, oxidizability, chlorides, nitrates, nitrites, color and visual color, smell and flavor, and DPH. Other types of analyzes were carried out, such as the sodium thiosulfate content in microbiology collection bottles, DPH products, approval, separation and disposal of samples and preparation of kits.

The main objectives were the acquisition of skills in the workplace, learning new methods and new analyses, preparing the entire work area, as well as recording the results obtained in the system and in CQI.

Keywords

Analysis; Methods; Standards; Waters.

Índice geral

1.	Introdução	1
2.	Empresa ALS – Life Sciences Portugal, S.A.....	2
3.	Material e Métodos.....	3
3.1.	Desempenho analítico.....	3
3.1.1.	Branco	3
3.1.2.	Duplicados	3
3.1.3.	Recuperações	4
3.1.4.	Ensaio Interlaboratoriais.....	4
3.2.	Ensaio analítico.....	4
3.2.1.	Condutividade elétrica	4
3.2.2.	Turvação	6
3.2.3.	Atividade da água	8
3.2.4.	Nitratos.....	9
3.2.5.	Nitritos.....	12
3.2.6.	Cor e Cor Visual	14
3.2.7.	Teor de Tiosulfato de Sódio em Frascos de Recolha para Análises Microbiológicas 16	
3.2.8.	Cheiro e Sabor	17
3.2.9.	Cloretos	18
3.2.10.	Oxidabilidade.....	19
3.2.11.	DPH.....	21
3.3.	Outras Atividades	21
3.3.1.	Aprovação, separação e descarte de amostras.....	21
3.3.2.	Preparação de Kits.....	22
4.	Considerações Finais	23
5.	Referências Bibliográficas	24
6.	Anexos	26

Índice de figuras

Figura 1 – Potenciómetro	5
Figura 2 – Turbidímetro.....	7
Figura 3 – Higrómetro.....	9
Figura 4 - Espectrofotómetro UV-Vis	10
Figura 5 - Padrões da reta, branco e LQ	13
Figura 6 - Água com cor ≥ 5 mg/L Pt-Co	15
Figura 7 - Cor visível em águas de consumo	15
Figura 8 - Frasco de recolha microbiológica de 1000 mL.....	16
Figura 9 - Ponto de equilíbrio em que o tiosulfato foi totalmente consumido	17
Figura 10 - Frascos de recolha de águas para Cheiro e Sabor, que devem estar isentos de qualquer cheiro e devem ter uma etiqueta a identificar o ensaio.....	18
Figura 11 - Banho termostaticado a 95 °C-98 °C	20
Figura 12 - Produto final da lavagem dos tubos	20
Figura 13 - Avaliação da densidade de um sabonete, por volumetria	21
Figura 14 - Padrões da Reta de Calibração, do 6 ao 1.....	28
Figura 15 - Solução aquosa de Tiosulfato de Sódio 3,5%.....	29
Figura 16 - Solução aquosa de Cromato de Potássio 5%	30
Figura 17 – Solução-mãe de 500 mg/L de cloreto de sódio	31
Figura 18 – Solução-mãe de 150 mg/L de cloreto de sódio	31

Lista de tabelas

Tabela 1 - Valores de condutividade lidos correspondentes a cada padrão ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	6
Tabela 2 - Concentrações teóricas lidas dos vários padrões da turbidez (NTU)	8
Tabela 3 - Duplicados em águas naturais doces e de consumo humano e respetiva amplitude realizados durante o estágio	11
Tabela 4 - Valores de leituras de amostras nos comprimentos de onda 275 nm e 220 nm e a sua respetiva aceitação, realizadas durante o estágio	12
Tabela 5 - Concentrações teóricas e lidas dos padrões ($\text{mg}/\text{L NO}_2$)	13
Tabela 6 - Limites de aceitação das leituras dos padrões da Cor	14
Tabela 7 - Duplicados em águas naturais doces e de consumo humano e respetiva amplitude realizados durante o estágio	15
Tabela 8 - Resultados de análises de duplicados de cloretos em águas de piscinas, residuais e de processo, e respetiva amplitude realizados durante o estágio	19
Tabela 9 - Condutividades dos padrões da reta de calibração associadas à massa de KCl a medir para balões volumétricos de 1000 mL	26
Tabela 10 - Concentrações dos padrões da reta de calibração associadas ao volume a pipetar da ST para balões volumétricos de 100 mL	26
Tabela 11 - Massas a medir dos reagentes CaCl_2 e NaCl para cada um dos padrões para um volume final de 100 mL	26
Tabela 12 - Volume a pipetar das soluções padrão de Nitrato stock A e stock B, para um volume final de 100 mL, respetivo a cada uma das concentrações dos padrões	27
Tabela 13 - Volume a pipetar da ST correspondente a cada uma das concentrações do LQ e do PC, para 50 mL	27
Tabela 14 - Respetivos volumes a medir de ST e água destilada para balões volumétricos de 50 mL, para cada uma das concentrações dos padrões	28
Tabela 15 - Volume a pipetar das soluções padrão de cor Stock A e Stock B, para um volume final de 50 mL e 100 mL, respetivo a cada uma das concentrações dos padrões	28
Tabela 16 - Modo de preparação dos padrões de Cheiro e Sabor	29
Tabela 17 - Modo de preparação das diluições para a avaliação do limiar específico da amostra	30

Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos

ASAE - Autoridade de Segurança Alimentar e Económica

APDA - Associação Portuguesa de Distribuição e Drenagem de Águas

AW - Atividade da água

CQI - Controlo de Qualidade Interno

DPH - Produtos de Drogaria, Perfumaria e Higiene

EIL - Ensaio Interlaboratorial

ETA - Estação de Tratamento de Águas

IPAC - Instituto Português de Acreditação e Certificação

LD - Limite de Detecção

LQ - Limite de Quantificação

MRC - Material de Referência Certificado

NTU - Nephelometric Turbidity Units, ou Unidade Nefelométrica de Turbidez

PC - Padrão de Controlo

Pt-Co - Escala de platina-cobalto

R² - Coeficiente de correlação

ST - Solução de Trabalho