

Titula-se, com a solução de nitrato de prata, adicionando sucessivamente com a microbureta (n.º 4.4) fracções de 0,1 ml. Depois de cada adição, aguarda-se a estabilização do potencial.

Continua-se a titulação tal como indicado no n.º 5.1 a partir do quarto parágrafo: «Registam-se os volumes da solução de nitrato de prata adicionados e os correspondentes valores do potencial nas primeiras duas colunas de um quadro.»

6 — Expressão dos resultados:

Exprime-se o resultado da análise em percentagem de cloro contido na amostra tal como recebida para análise.

Calcula-se a percentagem do cloro (Cl) através da fórmula:

$$Cl\% = \frac{0,03545 \times T \times (V_3 - V_4) \times 100}{m}$$

em que:

T é o número que indica a molaridade da solução de nitrato de prata utilizada;

V₄ é o resultado, em mililitros, de ensaio em branco (n.º 5.2);

V₃ é o valor, em mililitros, do V_{eq} correspondente à determinação (n.º 5.4);

m é a massa, em gramas, da toma para análise.

QUADRO N.º 1

Exemplo

Volume da solução de nitrato de prata $\bar{V}$	Potencial $\bar{E}$	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
ml	mV		
4,80	176	35	+ 37
4,90	211		
5,00	283		
5,10	306		
5,20	319		

$$V_{eq} = 4,9 + 0,1 \times \frac{37}{37 + 49} = 4,943$$

Método 7. Determinação do cobre

1 — Objectivo e campo de aplicação:

O presente documento define o processo de determinação do teor de cobre de adubos elementares à base de nitrato de amónio com elevado teor de azoto.

2 — Resumo do processo:

A amostra é dissolvida em ácido clorídrico diluído e o teor de cobre é determinado por espectrofotometria de absorção atómica.

3 — Reagentes:

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica reconhecida e a água utilizada deve ser destilada ou de pureza equivalente.

3.1 — Ácido clorídrico (densidade de 20°C = 1,18 g/ml).

3.2 — Ácido clorídrico: solução 6 M.

3.3 — Ácido clorídrico: solução 0,5 M.

3.4 — Nitrato de amónio.

3.5 — Peróxido de hidrogénio a 30 %.

3.6 — Solução de cobre (*) (solução mãe):

Pesa-se 1 g de cobre puro, com uma aproximação de 0,001 g, dissolve-se em 25 ml da solução de ácido clorídrico 6 M (n.º 3.2), adicionam-se 5 ml de peróxido de hidrogénio (n.º 3.5) e dilui-se com água até 1 l.

3.6.1 — Solução de cobre a 10 mcg/ml:

Diluem-se 10 ml da solução mãe (n.º 3.6) com água até perfazer 100 ml; diluem-se 10 ml da solução resultante com água até perfazer 100 ml.

1 ml da solução final contém 10 mcg de cobre (Cu).

Preparar esta solução no momento da utilização.

4 — Aparelhos e utensílios:

Espectrofotómetro de absorção atómica com uma lâmpada de cobre (324,8 nm).

5 — Técnica:

5.1 — Preparação da solução para a análise:

Pesam-se, com uma aproximação de 0,001 g, 25 g da amostra, introduzem-se num copo de precipitação de 400 ml, adicionam-se cuidadosamente 20 ml de ácido clorídrico (n.º 3.1) (pode registar-se uma reacção bastante viva devido à formação de dióxido de carbono). Adiciona-se mais ácido clorídrico, se necessário. Quando a efervescência tiver cessado, leva-se à secura num banho-maria, agitando de vez em quando com uma vareta de vidro. Adicionam-se 15 ml da solução de ácido clorídrico 6 M (n.º 3.2) e 120 ml de água. Agita-se com a vareta de vidro, que deve ser deixada no copo, tapa-se com um vidro de relógio. Ferve-se suavemente a solução até dissolução completa e deixa-se arrefecer.

Transfere-se sem perdas a solução para um balão graduado de 250 ml, lavando o copo com 5 ml de ácido clorídrico 6 M (n.º 3.2) e, seguidamente, duas vezes com 5 ml de água fervente. Perfaz-se o volume com ácido clorídrico 0,5 M (n.º 3.3) e homogeneiza-se cuidadosamente.

Filtra-se por papel de filtro sem cobre (*), rejeitando os primeiros 50 ml do filtrado.

5.2 — Solução em branco:

Prepara-se uma solução em branco do modo descrito no n.º 5.1, mas sem a amostra, a qual será tida em conta no cálculo dos resultados finais.

5.3 — Determinação:

5.3.1 — Preparação da solução de ensaio da amostra e da solução de ensaio em branco:

Diluem-se a solução da amostra (n.º 5.1) e a solução de ensaio em branco (n.º 5.2) com a solução de ácido clorídrico 0,5 M (n.º 3.3), até que se obtenha uma concentração de cobre dentro da gama de medição óptima do espectrofotómetro. Normalmente, não é necessária qualquer diluição.

5.3.2 — Preparação das soluções de calibração:

Diluindo a solução padrão (n.º 3.6.1) com a solução de ácido clorídrico de 0,5 M (n.º 3.3), preparam-se pelo menos cinco soluções padrão que correspondam à gama de medição óptima do espectrofotómetro (0 µg/ml a 5,0 µg/ml de Cu). Antes de perfazer o volume, adiciona-se a cada solução nitrato de amónio (n.º 3.4) até dar uma concentração final de 100 mg/ml.

5.4 — Leitura:

Regula-se o espectrofotómetro (n.º 4) para um comprimento de onda de 324,8 nm utilizando uma chama ar-acetileno oxidante. Atomiza-se de seguida, por três vezes, as soluções padrão (n.º 5.3.2), a solução da amostra e a solução de ensaio em branco (n.º 5.3.1), tendo o cuidado de lavar bem o instrumento com água destilada entre cada atomização. Traça-se a curva de calibração utilizando as absorvências médias de cada padrão utilizado como ordenadas e as concentrações correspondentes de cobre, em µg/ml, como abcissas. Determina-se a concentração de cobre na solução da amostra final e na solução em branco utilizando a curva de calibração.

6 — Expressão dos resultados:

Calcula-se o teor de cobre da amostra tendo em conta a massa da amostra de ensaio, as diluições efectuadas no decurso da análise e o valor obtido com a solução em branco. Exprime-se o resultado em mg Cu/kg.

(*) Para a maior parte das substâncias orgânicas em presença de catalisador de nitrato de prata é suficiente um tempo de reacção de uma hora e trinta minutos.

(*) Pode utilizar-se uma solução padrão de cobre disponível no comércio.

(*) Whatman 541 ou equivalente.

MINISTÉRIO DAS FINANÇAS

Despacho Normativo n.º 144/94

Considerando que os licenciados Francisco Brito Onofre, Maria da Conceição de Jesus Fernandes Duarte Mano, Eduardo Dias Sequeira, Luísa Maria Leitão do Vale, Maria Isabel Teixeira Freire Alves, Maria Helena Duarte Tavares Lopes Pereira e Maria Lucília Mendes da Silva Simões, tendo requerido oportunamente a criação dos lugares de assessor principal, ao abrigo do n.º 7 do artigo 18.º do Decreto-Lei n.º 323/89, de 26 de Setembro, na redacção que lhe foi conferida pelo artigo 1.º do Decreto-Lei n.º 34/93, de 13 de Fevereiro, reúnem os requisitos necessários para acesso à respectiva categoria;

Considerando o disposto no artigo 3.º do Decreto-Lei n.º 34/93, de 13 de Fevereiro, e nos n.ºs 6, 7 e 8 do artigo 18.º do Decreto-Lei n.º 323/89, de 26 de Setembro, na redacção que lhe foi dada pelo artigo 1.º do diploma inicialmente referido;

Determina-se o seguinte:

São criados no quadro de pessoal da Direcção-Geral da Contabilidade Pública, aprovado pela Portaria

n.º 977/91, de 24 de Setembro, sete lugares da categoria de assessor principal, da carreira técnica superior, a extinguir quando vagarem.

Ministério das Finanças, 16 de Fevereiro de 1994. — Pelo Ministro das Finanças, *Norberto Emílio Sequeira da Rosa*, Secretário de Estado do Orçamento.

MINISTÉRIOS DAS FINANÇAS E DA AGRICULTURA

Despacho Normativo n.º 145/94

Considerando que em 7 de Abril de 1993 cessou a comissão de serviço Mário Carmo Simões Costa, à data chefe de divisão da ex-Direcção-Geral da Pecuária;

Considerando o disposto no artigo 3.º do Decreto-Lei n.º 34/93, de 13 de Fevereiro, e nos n.ºs 6 e 8 do artigo 18.º do Decreto-Lei n.º 323/89, de 26 de Setembro, na redacção que lhes foi conferida pelo artigo 1.º daquele diploma:

Determina-se:

1 — É criado no quadro de pessoal do Instituto de Protecção da Produção Agro-Alimentar, constante do mapa 1 anexo à Portaria n.º 825/93, de 8 de Setembro, um lugar de assessor principal da carreira de médico veterinário, a extinguir quando vagar.

2 — A criação do lugar referido no número anterior produz efeitos desde o dia 7 de Abril de 1993, considerando-se tais efeitos como reportados ao quadro da ex-Direcção-Geral da Pecuária até à entrada em vigor da portaria referida no número anterior.

Ministérios das Finanças e da Agricultura, 23 de Fevereiro de 1994. — Pelo Ministro das Finanças, *Norberto Emílio Sequeira da Rosa*, Secretário de Estado do Orçamento. — Pelo Ministro da Agricultura, *Álvaro dos Santos Amaro*, Secretário de Estado da Agricultura.

Despacho Normativo n.º 146/94

Considerando que em 7 de Abril de 1993 cessou a comissão de serviço Ana Paula Holbeche Fino Correia Soeiro, à data directora de serviços do ex-Instituto de Qualidade Alimentar;

Considerando o disposto no artigo 3.º do Decreto-Lei n.º 34/93, de 13 de Fevereiro, e nos n.ºs 6 e 8 do artigo 18.º do Decreto-Lei n.º 323/89, de 26 de Setembro, na redacção que lhe foi conferida pelo artigo 1.º daquele diploma:

Determina-se:

1 — É criado no quadro de pessoal do Instituto de Protecção da Produção Agro-Alimentar, constante do mapa 1 anexo à Portaria n.º 825/93, de 8 de Setembro, um lugar de assessor principal da carreira de engenheiro, a extinguir quando vagar.

2 — A criação do lugar referido no número anterior produz efeitos desde o dia 7 de Abril de 1993, considerando-se tais efeitos como reportados ao quadro do ex-Instituto de Qualidade Alimentar até à entrada em vigor da portaria referida no número anterior.

Ministérios das Finanças e da Agricultura, 23 de Fevereiro de 1994. — Pelo Ministro das Finanças, *Norberto Emílio Sequeira da Rosa*, Secretário de Estado do Orçamento. — Pelo Ministro da Agricultura, *Álvaro dos Santos Amaro*, Secretário de Estado da Agricultura.

Despacho Normativo n.º 147/94

Considerando que em 7 de Abril de 1993 cessou a comissão de serviço Maria Emília Soeiro da Graça Curado Barreto, à data chefe de divisão do ex-Instituto de Qualidade Alimentar;

Considerando o disposto no artigo 3.º do Decreto-Lei n.º 34/93, de 13 de Fevereiro, e nos n.ºs 6 e 8 do artigo 18.º do Decreto-Lei n.º 323/89, de 26 de Setembro, na redacção que lhe foi conferida pelo artigo 1.º daquele diploma:

Determina-se:

1 — É criado no quadro de pessoal do Instituto de Protecção da Produção Agro-Alimentar, constante do mapa 1 anexo à Portaria n.º 825/93, de 8 de Setembro, um lugar de assessor principal da carreira de engenheiro, a extinguir quando vagar.

2 — A criação do lugar referido no número anterior produz efeitos desde o dia 7 de Abril de 1993, considerando-se tais efeitos como reportados ao quadro do ex-Instituto de Qualidade Alimentar até à entrada em vigor da portaria referida no número anterior.

Ministérios das Finanças e da Agricultura, 23 de Fevereiro de 1994. — Pelo Ministro das Finanças, *Norberto Emílio Sequeira da Rosa*, Secretário de Estado do Orçamento. — Pelo Ministro da Agricultura, *Álvaro dos Santos Amaro*, Secretário de Estado da Agricultura.

MINISTÉRIOS DAS FINANÇAS, DAS OBRAS PÚBLICAS, TRANSPORTES E COMUNICAÇÕES E DO COMÉRCIO E TURISMO.

Portaria n.º 150/94

de 16 de Março

Pela Portaria n.º 235/93, de 27 de Fevereiro, foi aprovado o tarifário aplicável aos residentes e estudantes nas ligações entre o continente e as Regiões Autónomas, bem como o aplicável às ligações entre o Funchal e Porto Santo.

Decorrido um ano sobre a sua entrada em vigor, há que actualizar os seus valores, por forma a adequá-los ao presente.

Ouvidos os órgãos do governo próprio da Região Autónoma da Madeira e da Região Autónoma dos Açores:

Manda o Governo, pelos Ministros das Finanças, das Obras Públicas, Transportes e Comunicações e do Comércio e Turismo, ao abrigo dos n.ºs 2 e 4 do artigo 2.º do Decreto-Lei n.º 311/91, de 17 de Agosto, o seguinte:

1.º Os preços máximos das tarifas de residente e estudante a aplicar entre qualquer aeródromo na Madeira ou nos Açores e o primeiro aeródromo de entrada ou o último de saída no continente, bem como o preço máximo da tarifa de estudante aplicável entre qualquer aeródromo nos Açores e qualquer aeródromo na Madeira, são os seguintes:

Tarifas de ida e volta	Continente-Madeira	Continente-Açores	Madeira-Açores
Residente.....	25 900\$00	41 400\$00	-\$-
Estudante	18 800\$00	28 300\$00	18 800\$00