



Relatório Sobre as Atividades Desenvolvidas no Laboratório de Águas e Águas Residuais da Escola Superior Agrária de Castelo Branco

Nome Mariana Filipa Lucas Almeida

Número 20191318

Orientadores

Professora Doutora Maria da Conceição Mesquita dos Santos

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à conclusão do Curso Técnico Superior Profissional em Análises Químicas e Biológicas, realizado sob a orientação da Professora Doutora Maria Conceição Mesquita dos Santos Mesquita do Instituto Politécnico de Castelo Branco.

Julho 2021

Dedicatória

Dedico este meu trabalho à minha família, em especial aos meus pais e ao meu irmão por acreditarem sempre em mim.

Agradecimentos

Gostava de dirigir os meus agradecimentos a todos aqueles que me acompanharam nesta jornada. É, para mim, fundamental realçar todas as pessoas que estiveram envolvidas na evolução deste trabalho. Passo desde já a agradecer:

Ao Diretor da Escola Superior Agrária de Castelo Branco, Professor João Pedro Várzea Rodrigues, pela oportunidade de poder realizar o meu estágio num Laboratório da Escola e por todos os meios que foram colocados à minha disposição.

À Coordenadora de Curso e Orientadora de estágio, Professora e Doutora Conceição Mesquita, pela preocupação, dedicação e disponibilidade durante todo este período de estágio. Os seus conhecimentos científicos contribuíram em muito para a realização deste trabalho. Realçar a sua paciência para me ajudar a atingir a os objetivos previstos neste relatório.

À Engenheira Helena Martins, um obrigada especial pela sua simpatia, amizade e boa disposição em todos os dias do estágio. Toda a sua ajuda foi essencial para poder realizar este trabalho. Quero me despedir com um sentimento enorme de agradecimento pela sua orientação, pois contribuiu em muito para melhorar os meus conhecimentos científicos.

Um agradecimento também à Engenheira Isabel, à Engenheira Ângela e à Engenheira Marta, pela alegria, simpatia e pela ajuda prestada que foi importante neste percurso de estágio.

Não esquecendo de agradecer aos meus pais e ao meu irmão que desde o início me apoiaram em todas as minhas decisões e a alcançar os meus objetivos.

Por fim, um obrigada às minhas colegas Inês Barrocas, Clabety Pinheiro e Maryline Mesquita que me proporcionaram momentos de alegria nos intervalos.

Resumo

O presente relatório descreve as atividades realizadas no âmbito do estágio/projeto de Formação em Contexto de Trabalho, do Curso Técnico Superior Profissional em Análises Químicas e Biológicas (CTeSP em AQB) da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco. O estágio decorreu no Laboratório de Águas e Águas Residuais (LAAR) da referida instituição, cuja atividade principal consiste na realização de análises físico-químicas de águas e águas residuais, entre outras matrizes. O Estágio iniciou-se a 08 de fevereiro e terminou a 07 de julho de 2021.

O principal objetivo deste estágio consistiu na integração nas atividades correntes do laboratório e na familiarização e execução das técnicas analíticas adotadas pelo LAAR, com supervisão, designadamente no âmbito de análises físico-químicas de águas e de águas residuais. Outro dos objetivos deste estágio/projeto consistiu em participar na implementação do controlo de qualidade do método de Mohr para determinação do teor total de cloretos em águas e águas residuais.

Palavras-chave

Águas, Águas residuais, controlo analítico.

Abstract

In the following report describe the activities developed in the internship/project in the Work Context of the Professional Higher Technical Course in Chemical and Biological Analysis (CTeSP in AQB) of the School of Agriculture of Polytechnic Institute of Castelo Branco. The internship took place at Water and wastewater Analysis Laboratory of that institution that carries out physical and chemical analyses of water, wastewater, among others. The internship began on February 08 and ended on July 07 of 2021.

The main goal of this internship was the integration in the daily laboratory activities and at the familiarization and implementation of analytical techniques adopted by LAAR under supervision namely in the context of physical-chemical analysis of water and wastewater. This internship also aimed to participate in the implementation of the quality control of the Mohr's method to determining the total chloride content in water and wastewater.

Keywords

Water, wastewater, analytical control.

Índice geral.

1 -Introdução.	1
2- Local de estágio.	3
3- Atividades Desenvolvidas.	3
3.1- Preparação do Material de Laboratório.	3
3.2-Acondicionamento dos Resíduos Perigosos no LAAR.	4
3.3- Método Analíticos de Análises de Águas.	4
3.3.1- pH.	4
3.3.2- Condutividade Elétrica (CE).	7
3.3.3- Alcalinidade.	8
3.3.4- Dureza.	9
3.3.5- Determinação da oxidabilidade ao Permanganato de Potássio ($KMnO_4$) ou Índice de Permanganato.	10
3.3.6- Compostos de Azoto.	11
3.3.6.1-Azoto Amoniacal.	11
3.3.6.2- Nitratos + Nitritos.	12
3.3.6.3- Azoto Orgânico.	12
3.3.7- Determinação do fósforo total.	13
3.3.8- Boro total.	15
3.3.9- CQO- Carência química do oxigénio.	16
3.3.10- CBO ₅ - Carência Bioquímica do oxigénio.	17
4- Controlo de qualidade de um método analítico.	19
4.1- Controlo qualidade do Método de Mohr para determinação dos cloretos.	20
4.1.1- Técnica analítica.	20
4.1.1.1- Preparação dos Reagentes.	20
4.1.1.2- Padronização da solução (ou determinação do título) da solução titulante de nitrato de prata com a solução padrão da solução de NaCl.	21
4.1.1.3- Preparação de diferentes soluções padrão de controlo.	22
5- Outras atividades desenvolvidas.	28
6- Considerações finais,	29
7- Bibliografia.	29
Anexos	
Anexo I- Cartas de Controlo relativamente ao pH, utilizando o aparelho Radiometer Copenhagen - pH M61 Laboratory pH Meter.	
Anexo II- Tabela sobre a Condutividade Elétrica	

Índice de imagens.

Figura 1- Ciclo da água.	1
Figura 2- Caixa com ácido para descontaminação do material.	4
Figura 3- Estufa para secagem do material descontaminado.	4
Figura 4- Radiometer Copenhagen- pH M61 Laboratory pH Meter.	6
Figura 5 - Carta de controlo de pH para amostra A.	6
Figura 6- Carta de controlo de pH para amostra B.	7
Figura 7 – Condutivímetro.	8
Figura 8- Determinação do azoto amoniacal, antes e depois e após titulação.	9
Figura 9 -Reta de calibração para determinação da concentração de fósforo total.	14
Figura 10-Evaporação das amostras.	15
Figura 11 – Leituras das absorvâncias.	15
Figura 12- Reta de calibração para determinação da concentração de boro.	16
Figura 13 - Processo de digestão das amostras.	16
Figura 14 - Amostras após digestão.	17
Figura 15 - Etapas da titulação.	17
Figura 16 -Sistema OXITOP	18
Figura 17 - Incubação sob agitação.	18
Figura 18 -Determinação de cloretos na solução padrão de controlo de 100 mg Cl ⁻ /L (1 ^o ensaio).	23
Figura 19 -Determinação de cloretos na solução padrão de controlo de 100 mg Cl ⁻ /L (2 ^o ensaio).	24
Figura 20– Carta de controlo para o ensaio com a solução padrão de 200 mg Cl ⁻ /L.	24
Figura 21- Carta de controlo para o ensaio com a solução padrão de 500 mg Cl ⁻ /L.	26
Figura 22- Repetição dos ensaios com o padrão de 500 mg Cl ⁻ /L (2 ^o ensaio).	27
Figura 23 -Espectrofotómetro de Absorção Atómica.	28

Índice de tabelas

Tabela 1- Valor médio do pH em diferentes amostras de água engarrafada.	6
Tabela 2- Valores para obtenção da reta de calibração.	14
Tabela 3- Valores para elaboração da reta.	16
Tabela 4- Especificação dos valores de amostra e soluções, nitrificante e nutriente segundo as faixas de CBO ₅ esperado.	18
Tabela 5- Médias das concentrações dos titulantes utilizados.	21
Tabela 6- Determinação de cloretos numa solução padrão de controlo 100 mg Cl ⁻ /L (1ºEnsaio).	22
Tabela 7- Determinação de cloretos numa solução padrão de controlo 100 mg Cl ⁻ /L (2ºEnsaio).	23
Tabela 8- Determinação de cloretos numa solução padrão de controlo 200 mg Cl ⁻ /L.	25
Tabela 9- Determinação de cloretos numa solução padrão de controlo 500 mg Cl ⁻ /L (1ºEnsaio).	25
Tabela 10- Determinação de cloretos numa solução padrão de controlo 500 mg Cl ⁻ /L (2ºEnsaio).	27
Tabela 11- Titulação com AgNO ₃ 0,0141 N de uma solução padrão de 500 mg/L.	27
Tabela 12- Concentração média em cloretos após titulação das soluções padrão de controlo (5 e 50 mg Cl ⁻ /L) com a solução de nitrato de prata 0,1 N e 0,141 N.	28

Lista de símbolos.

H- Potencial de Hidrogénio.
°C – Graus Celsius.
% – Percentagem.
H⁺ – Hidrogénio.
H₂SO₄ –Ácido Sulfúrico.
KCL- Cloreto de Potássio.
AgCl- Cloreto de Prata.
mL – Mililitros.
mg- Miligramas.
g-Gramas.
L- Litro.
yg- Microgramas.
yS- Microsiemens.
yg- Micrograma.
mol- Moles.
nm – Nanómetro.
N – Normalidade.
CaCO₃– Carbonato de Cálcio.
NH⁴⁺ – Azoto Amoniacal forma ionizada.
NH₃- Azoto Amoniacal forma não ionizada.
EDTA.
NO₃ – Nitrato
O₂ – Oxigénio.
CBO- Carência Bioquímica de Oxigénio.
CQO- Carência Química de Oxigénio.
NaOH – Hidróxido de Sódio.
K₂HPO₄- Fosfato de potássio.
P – Fósforo.
HCL – Ácido Clorídrico.
B- Boro.
HgSO₄- Sulfato de Mercúrio.
K₂Cr₂O₇- Dicromato de potássio
CO₂- Dióxido de carbono.
O₂- Oxigénio.
Cl⁻-Cloretos.
Ag₂CrO₄- Cromato de prata.
K₂CrO₄- Cromato de potássio.
NaCl- Cloreto de Sódio.

Lista de abreviaturas, siglas e acrónimos

CTeSP- Curso Técnico Profissional Superior.

ESACB- Escola Superior Agrária Castelo Branco.

LAAR- Laboratório de Águas e Águas Residuais.

CV- Coeficiente de Variação.

LAS- Limite de Aviso Superior.

LAI- Limite de Aviso Inferior.

LCS- Limite de Controlo Superior.

LCI- Limite de Controlo Inferior.

DP- Desvio Padrão.

C.E.- Condutividade Elétrica.

V1- Volume de titulante gasto.

V2- Volume de amostra.

EAM UV/Vis- Espectrofotómetro de Absorção Molecular.