

Avaliação da incerteza de medição em métodos quantitativos de análise segundo o guia para expressão de incerteza de medição.

Autor: Jefferson Leite Dias

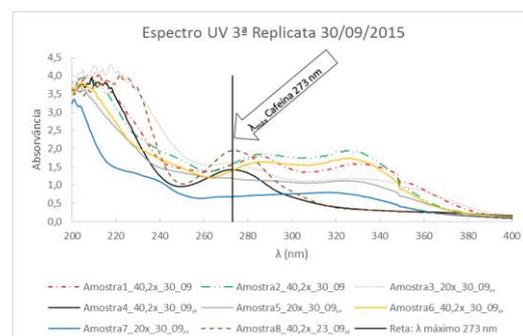
Orientador: Welington Ferreira de Magalhães

Declarar a incerteza de um resultado é fundamental em análise química. Atualmente, para ter validade legal, o resultado de uma medição deve estar obrigatoriamente associado a uma incerteza. Em 1993, com a finalidade de uniformizar e nortear a declaração da incerteza de medição, foi publicada a primeira versão do Guia para a expressão da incerteza de medição (GUM). Desde então, diversos trabalhos e artigos relacionados ao assunto estão disponíveis para estudo. O cálculo da incerteza é relativamente simples, mas, dependendo do propósito de uso e do nível de exatidão requerido para uma análise, a definição do mensurando e a obtenção da sua inerente incerteza padrão combinada pode se tornar bastante complexa.

O objetivo principal desse trabalho é avaliar a incerteza de medição em métodos quantitativos de análise segundo o Guia para a Expressão da Incerteza de Medição, GUM. Esse trabalho se justifica uma vez que boa parte dos profissionais da área da Química atuam em laboratórios de controle de qualidade com parâmetros acreditados pela ISO/IEC 17025:2005, norma que tem a avaliação da incerteza de medição como requisito para acreditar um ensaio. Além disso, é extremamente importante que se tenha, em nível de graduação, conhecimento e desenvoltura para identificar e resolver os problemas relacionados às medições e às suas incertezas. Sendo assim, quatro métodos quantitativos de análise foram utilizados, dois clássicos e dois instrumentais. Os métodos clássicos, Determinação do teor de nitrato de níquel em um sal P.A e Determinação de Cloro ativo em alvejante, apresentaram resultados satisfatórios com incertezas combinadas relativas menores que 5%. Já os métodos instrumentais, Determinação de cafeína em amostras de chá utilizando-se as técnicas de HPLC e UV-Vis, não apresentaram os resultados esperados. Para a técnica de HPLC foram obtidos resultados com incertezas combinadas relativas elevadas, maiores do que 10% e, para a técnica de UV-Vis, não foi possível definir o

mensurando uma vez que um ajuste matemático por um polinômio de grau 3 ou superior deve ser utilizado. Com tal ajuste a obtenção da função de medição depende da utilização de um tratamento matemático que está fora do escopo pretendido para essa monografia. Uma forma possível de se resolver o problema seria utilizar um outro método de preparo de amostra já descrito na literatura. Tal método elimina os interferentes que apresentam absorvância máxima próxima a 273nm, comprimento de onda de absorção máxima da cafeína. No artigo que apresenta esse outro procedimento de preparo de amostra, os resultados de cafeína em amostras de chá se mostraram estatisticamente iguais utilizando-se as duas técnicas instrumentais.

A figura seguinte mostra os espectros de UV-Vis obtidos:



Apesar do problema encontrado para a definir o mensurando, conclui-se que o objetivo principal do trabalho foi alcançado posto que, para todos os procedimentos que tiveram a função de medição bem definida, as incertezas e suas respectivas planilhas de cálculo de incerteza foram obtidas. Todos os arquivos com os resultados foram disponibilizados através de um link para que o leitor interessado possa fazer o download e acompanhar como foram obtidas as incertezas padrão combinadas.