

## 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

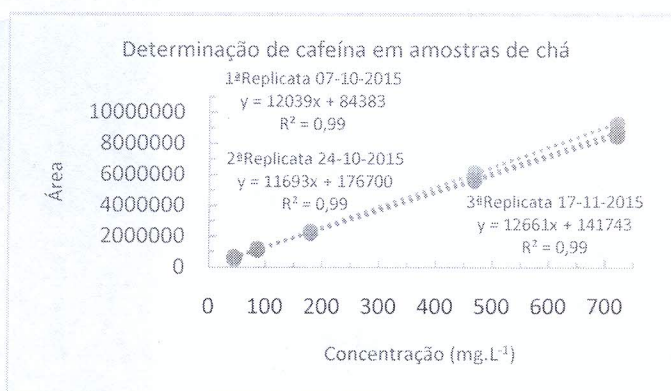
**Introdução.** Declarar a incerteza de um resultado é fundamental em análise química. Atualmente, para ter validade legal, o resultado de uma medição deve estar obrigatoriamente associado a uma incerteza. Somente os laudos emitidos por laboratórios com ensaios acreditados pela ISO 17025 possuem tal validade. 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.

**Objetivos.** Tendo em vista a importância da avaliação da incerteza na área da qualidade analítica, torna-se desejável que um futuro Químico tenha habilidade em identificar e quantificar as fontes de incerteza de um método de análise. Devido a isso, o objetivo desse trabalho é avaliar a incerteza de medição em métodos clássicos e instrumentais de análise através do método bottom-up preconizado pelo Guia para a expressão da incerteza de medição.

**Materiais e métodos.** Um método gravimétrico e um volumétrico de análise foram executados para determinar, respectivamente, o teor de um sal de níquel em um reagente P.A e o teor de hipoclorito de sódio em uma amostra de alvejante. Além disso, foram realizadas determinações de cafeína em sete amostras de chá tanto por espectroscopia no ultravioleta-visível (UV-Vis) quanto por Cromatografia Líquida de Alta eficiência (HPLC). No método bottom-up utilizado para o cálculo de incerteza,

procura-se fazer a combinação exaustiva de todas as fontes de incerteza do procedimento de medição. Partindo-se das fontes de incerteza de todas as medições diretas das grandezas de entrada presentes na equação do mensurando e das grandezas de influência, constrói-se um diagrama de causa e efeito com a finalidade de evitar que uma mesma fonte de incerteza seja considerada em duplicidade. (MAPA,2011)

**Resultados.** O Ajuste matemático das curvas padrão de cafeína obtidas por HPLC é mostrado na figura 1. **Figura 1:** Curvas padrão obtidas para as análises de cafeína em amostras de chá.



Para essas curvas padrão, o gráfico de resíduos das respostas instrumentais em função da concentração mostrou pontos com espalhamento relativamente uniforme. Isso indica um comportamento homocedástico dos dados e, portanto, para a análise por HPLC, o ajuste matemático pelo método dos mínimos quadrados ordinários pode ser utilizado. Tal fato não foi observado para o ajuste matemático das curvas padrão obtidas na técnica de UV-Vis e, provavelmente, para definir o mensurando, será necessário um ajuste polinomial dos pontos experimentais. O tratamento dos dados para o cálculo de incerteza está em andamento. Espera-se que os resultados de cafeína nas amostras de chá sejam estatisticamente comparáveis.