

Princípios de Química

Carmen Lúcia Voigt
(Organizadora)



Atena
Editora
Ano 2019

Carmen Lúcia Voigt
(Organizadora)

Princípios de Química

Atena Editora
2019

2019 by Atena Editora
Copyright © Atena Editora
Copyright do Texto © 2019 Os Autores
Copyright da Edição © 2019 Atena Editora
Editora Executiva: Prof^a Dr^a Antonella Carvalho de Oliveira
Diagramação: Geraldo Alves
Edição de Arte: Lorena Prestes
Revisão: Os Autores

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores. Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Conselho Editorial

Ciências Humanas e Sociais Aplicadas

Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof^a Dr^a Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Deyvison de Lima Oliveira – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Prof^a Dr^a Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof^a Dr^a Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Prof^a Dr^a Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof^a Dr^a Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof^a Dr^a Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Ciências Agrárias e Multidisciplinar

Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Alexandre Igor Azevedo Pereira – Instituto Federal Goiano
Prof^a Dr^a Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof^a Dr^a Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas

Ciências Biológicas e da Saúde

Prof. Dr. Benedito Rodrigues da Silva Neto – Universidade Federal de Goiás
Prof.^a Dr.^a Elane Schwinden Prudêncio – Universidade Federal de Santa Catarina
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. José Max Barbosa de Oliveira Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará

Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande

Ciências Exatas e da Terra e Engenharias

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista

Conselho Técnico Científico

Prof. Msc. Abrãao Carvalho Nogueira – Universidade Federal do Espírito Santo
Prof. Dr. Adaylson Wagner Sousa de Vasconcelos – Ordem dos Advogados do Brasil/Seccional Paraíba
Prof. Msc. André Flávio Gonçalves Silva – Universidade Federal do Maranhão
Prof.ª Drª Andreza Lopes – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento Acadêmico
Prof. Msc. Carlos Antônio dos Santos – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Prof. Msc. Daniel da Silva Miranda – Universidade Federal do Pará
Prof. Msc. Eliel Constantino da Silva – Universidade Estadual Paulista
Prof.ª Msc. Jaqueline Oliveira Rezende – Universidade Federal de Uberlândia
Prof. Msc. Leonardo Tullio – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof.ª Msc. Renata Luciane Polsaque Young Blood – UniSecal
Prof. Dr. Welleson Feitosa Gazel – Universidade Paulista

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)	
P957	Princípios de química [recurso eletrônico] / Organizadora Carmen Lúcia Voigt. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. Formato: PDF Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader Modo de acesso: World Wide Web Inclui bibliografia ISBN 978-85-7247-422-1 DOI 10.22533/at.ed.221192406 1. Química – Estudo e ensino. I. Voigt, Carmen Lúcia. CDD 540.7
Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422	

Atena Editora
Ponta Grossa – Paraná - Brasil
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Química é a ciência que estuda a estrutura das substâncias, a composição e as propriedades das diferentes matérias, suas transformações e variações de energia. A Química conquistou um lugar central e essencial em todos os assuntos do conhecimento humano, estando interligada com outras ciências como a Biologia, Ciências Ambientais, Física, Medicina e Ciências da Saúde.

Pesquisas na área da Química continuam evoluindo cada dia, sendo benéficas devido maior conscientização de como usar os conhecimentos químicos em prol da qualidade de vida e do desenvolvimento da sociedade; prezando pelo meio ambiente, surgindo assim processos e novas tecnologias com menor agressão e impacto.

Muitas são as fontes degradadoras da natureza, porém os resíduos químicos são considerados os mais agressivos. Ao longo dos anos inúmeros tipos de contaminantes foram lançados no meio ambiente, causando contaminação e poluição em diversos tipos de compartimentos ambientais como solos, rios e mares. O avanço e crescimento industrial no mundo é uma das principais causas da poluição excessiva e liberação de resíduos químicos.

Devido estudos na área da Química é possível realizar remoção de poluentes por diversos processos e o desenvolvimento de técnicas e materiais é abordado neste volume, que trata de processos como adsorção para retirada de contaminantes da natureza. Além destes processos, este volume também trata de novos materiais para aplicação em substituição aos polímeros convencionais, como os biopolímeros, produzidos a partir de matérias-primas de fontes renováveis, ou seja, possuem um ciclo de vida mais curto comparado com fontes fósseis como o petróleo o qual leva milhares de anos para se formar.

Fatores ambientais e sócio-econômicos estão relacionados ao crescente interesse por novas estratégias que buscam alternativas aos produtos e processos convencionais. Neste enfoque, os trabalhos selecionados para este volume oportunizam reflexão e conhecimento na área da Química, abrangendo aspectos favoráveis para ciência, tecnologia, sociedade e meio ambiente.

Boa leitura.

Carmen Lúcia Voigt

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 1

PRODUÇÃO DE BIOPOLÍMEROS PELAS BACTÉRIAS *GLUCONACETOBACTER HANSENI* E *KOMAGATAEIBACTER RHATICUS* EM MEIOS CONTENDO HIDROLISADO DE ARROZ E MILHO

Karina Carvalho de Souza

Gabriela Rodrigues dos Santos

Grazielly Maria Didier de Vasconcelos

Paulo Henrique Marrocos de Oliveira

Yêda Medeiros Bastos de Almeida

Felipe Cunha da Silva Trindade

Glória Maria Vinhas

DOI 10.22533/at.ed.2211924061

CAPÍTULO 2 7

CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DE ÓRTESE SUROPODÁLICA DE MEMBRO INFERIOR PRODUZIDO COM POLICLORETO DE VINILA (PVC)

Heloisa Barbara Rozario Azevedo

Fabiane De Oliveira Santana

Paula Hortência Santos Magalhães

Maria Karoline Silva Souza

Caio Cezar Neves Kunrath

Menilde Araújo Silva Bião

Franco Dani Rico Amado

Bruno Souza Fernandes

DOI 10.22533/at.ed.2211924062

CAPÍTULO 3 12

OBTENÇÃO DE REVESTIMENTOS DE DCPD COM INCORPORAÇÃO DO COPOLÍMERO F-127 PELO MÉTODO DE DEPOSIÇÃO ELETROQUÍMICA

Pablo Eduardo Costa dos Santos

Cristiane Xavier Resende

Zaine Teixeira Camargo

DOI 10.22533/at.ed.2211924063

CAPÍTULO 4 19

CARBOXIMETILCELULOSE-G-OLIGO(ÓXIDO DE ETILENO-CO-ÓXIDO DE PROPILENO): EFEITO DA PORCENTAGEM DE ENXERTIA NAS PROPRIEDADES EM MEIO AQUOSO SALINO

Nívia do Nascimento Marques

Rosângela de Carvalho Balaban

Sami Halila

Redouane Borsali

DOI 10.22533/at.ed.2211924064

CAPÍTULO 5 32

PROPRIEDADES MECÂNICAS, TERMOMECÂNICAS, REOMETRIA DE TORQUE E MORFOLOGIA DE BLENDS PS/PP/PP RECICLADO COMPATIBILIZADAS COM O COPOLÍMERO SEBS

Carlos Bruno Barreto Luna

Eduardo da Silva Barbosa Ferreira

*Danilo Diniz Siqueira
Edcleide Maria Araújo
Elieber Barros Bezerra*

DOI 10.22533/at.ed.2211924065

CAPÍTULO 6 50

SÍNTESE E COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE HPAM TERMORRESPONSIVA

*Bruna Luiza Batista de Lima
Nívia do Nascimento Marques
Marcos Antonio Villetti
Rosângela de Carvalho Balaban*

DOI 10.22533/at.ed.2211924066

CAPÍTULO 7 58

FILME DE POLICAPROLACTONA REFORÇADOS POR MICROFIBRILAS DE CELULOSE DE AÇAÍ (*Euterpe oleracea Mart.*)

*Rachel Margalho Barreira Valentim
Izael Pinho dos Santos
Victor Soares Pereira
Carmen Gilda Barroso Tavares Dias
Marcos Allan Leite dos Reis*

DOI 10.22533/at.ed.2211924067

CAPÍTULO 8 64

AVALIAÇÃO DA BIODEGRADABILIDADE DE FILMES DE AMIDO REFORÇADOS COM NANOCRISTAIS DE CELULOSE DA FIBRA DE COCO VERDE

*Ingrid Lessa Leal
Yasmin Carolino da Silva Rosa
Josiane Dantas Viana Barbosa
Janice Izabel Druzian
Bruna Aparecida Souza Machado*

DOI 10.22533/at.ed.2211924068

CAPÍTULO 9 74

CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DE RESÍDUOS DA AGROINDÚSTRIA E APLICAÇÃO EM FILMES DE AMIDO E QUITOSANA

*Marina R. d Andrade
Taynã Isis de S. Santana
Bruna A. S. Machado*

DOI 10.22533/at.ed.2211924069

CAPÍTULO 10 79

EFFECT OF BIOSURFACTANTS IN PATHOGENIC BACTERIA ADHESION ON THE SURFACE OF FLEXIBLE FILMS

*Michel Zampieri Fidelis
Heitor Suyama
Eduardo Abreu
Denise Milleo Almeida
Giane Gonçalves Lenzi*

DOI 10.22533/at.ed.22119240610

CAPÍTULO 11	93
UTILIZAÇÃO DO BAGAÇO DE MALTE NA ADSORÇÃO DE GASOLINA PRESENTE EM CORPOS AQUATICOS: ESTUDO EM LEITO DIFERENCIAL	
<i>Fernanda Vieira Amorim</i>	
<i>Márcia Ramos Luiz</i>	
<i>Ewellyn Silva Souza</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240611	
CAPÍTULO 12	105
ESTUDO DA ADSORÇÃO DE COBRE EM LODO RECUPERADO DA CLARIFICAÇÃO DE ÁGUA DE AÇUDE POR ELETROCOAGULAÇÃO/FLOTAÇÃO	
<i>Fábio Erlan Feitosa Maia</i>	
<i>Ronaldo Ferreira do Nascimento</i>	
<i>Eliezer Fares Abdala Neto</i>	
<i>Jefferson Pereira Ribeiro</i>	
<i>Ari Clecius Alves de Lima</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240612	
CAPÍTULO 13	117
ADSORÇÃO DE CO ₂ EM MATERIAL MEOSPOROSO DO TIPO SBA-16 FUNCIONALIZADO	
<i>Táisa Cristine de Moura Dantas</i>	
<i>Eloy Sanz-Pérez</i>	
<i>Raul Sanz</i>	
<i>Amaya Arencibia</i>	
<i>Guillermo Calleja</i>	
<i>Ana Paula de Melo Alves Guedes</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240613	
CAPÍTULO 14	132
CINÉTICA DE ADSORÇÃO DE FURFURAL PELO ADSORVENTE ARGILA BENTONITA	
<i>Riann Queiroz Nóbrega</i>	
<i>Ana Cláudia Rodrigues De Barros</i>	
<i>Lorena Lucena De Medeiros</i>	
<i>Flávio Luiz Honorato Da Silva</i>	
<i>Joelma Moraes Ferreira</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240614	
CAPÍTULO 15	140
AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ADSORTIVA DE ARGILA ORGANOFÍLICA ATRAVÉS DE PLANEJAMENTO FATORIAL	
<i>Paulo Henrique Almeida Da Hora</i>	
<i>Líszandra Fernanda Araújo Campos</i>	
<i>Antonio Cícero De Sousa</i>	
<i>Gesivaldo Jesus Alves De Figueiredo</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240615	

CAPÍTULO 16	147
CINÉTICA E MODELAGEM DA CAPTURA DE CO ₂ POR MEIO DA REAÇÃO DE CARBONATAÇÃO DO ORTOSILICATO DE LÍTIO	
<i>Suélen Maria de Amorim</i>	
<i>Michele Di Domenico</i>	
<i>Tirzhá Lins Porto Dantas</i>	
<i>Humberto Jorge José</i>	
<i>Regina de Fatima Peralta Muniz Moreira</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240616	
CAPÍTULO 17	157
MODIFICAÇÃO TÉRMICA DA ARGILA BRASGEL VISANDO SUA UTILIZAÇÃO NA REMOÇÃO DE NÍQUEL EM SISTEMA DE BANHO FINITO	
<i>Joseane Damasceno Mota</i>	
<i>Rochelia Silva Souza Cunha</i>	
<i>Patrícia Noemia Mota De Vasconcelos</i>	
<i>Meiry Glaucia Freire Rodrigues</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240617	
CAPÍTULO 18	166
REMOÇÃO DO CORANTE DIRECT BLACK 22 ATRAVÉS DE ADSORÇÃO	
<i>Déborah Fernanda Mamedes da Silva</i>	
<i>Deivid Sousa de Figueiroa</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240618	
CAPÍTULO 19	177
INFLUÊNCIA DA PRESENÇA DE SAIS NA ADSORÇÃO DO CORANTE VERMELHO PROCION UTILIZANDO ALUMINA ATIVADA	
<i>Nathália Favarin da Silva</i>	
<i>Enrique Chaves Peres</i>	
<i>Guilherme Luiz Dotto</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240619	
CAPÍTULO 20	186
ADSORÇÃO DE ÍNDIGO CARMINE UTILIZANDO MICROESFERAS DE ALGINATO (AL) E QUITOSANA (QT) PURAS E DOPADAS COM NÍQUEL E FERRO.	
<i>Ana Clara Correia Queiroz da Silva</i>	
<i>Francisco Mateus Gomes do Nascimento</i>	
<i>Francisco Renan Lima Amorim</i>	
<i>Guilherme Augusto Magalhães Júnior</i>	
<i>Cícero Pessoa de Moura</i>	
<i>Rafael Ribeiro Portela</i>	
<i>Mayara Sousa de Oliveira</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240620	
CAPÍTULO 21	195
SÍNTESE E APLICAÇÃO DE PENEIRA MOLECULAR ORGANOFÍLICA NA REMOÇÃO DE ÍONS CR(III)	
<i>Paulo Henrique Almeida da Hora</i>	
<i>Lizandra Fernanda Araújo Campos</i>	
<i>Antonio Cícero de Sousa</i>	

CAPÍTULO 22	202
BIOSSORÇÃO DE ÍONS CR(VI) EM SOLUÇÃO AQUOSA EMPREGANDO CASCA DE BANANA NANICA	
<i>Giovani Santana Silva</i>	
<i>Ângelo Capri Neto</i>	
<i>Maria da Rosa Capri</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240622	
CAPÍTULO 23	215
REMOÇÃO DE CROMO HEXAVALENTE PRESENTE EM SOLUÇÕES SINTÉTICAS DILUÍDAS EMPREGANDO CARVÃO ATIVADO COMERCIAL E CARVÃO VEGETAL PRODUZIDO A PARTIR DA CASCA DE ARROZ	
<i>Lúcia Allebrandt da Silva Ries</i>	
<i>Joyce Helena da Silveira</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240623	
CAPÍTULO 24	227
MANAGEMENT AND CLASSIFICATION OF PHYSICO-CHEMICAL AND MICROBIOLOGICAL PARAMETERS OF GROUNDWATER	
<i>Sharise Beatriz Roberto</i>	
<i>Jomar Berton Junior</i>	
<i>Rúbia Michele Suzuki</i>	
<i>Elton Guntendorfer Bonafé</i>	
<i>Makoto Matsushita</i>	
<i>Edmilson Antonio Canesin</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240624	
CAPÍTULO 25	242
HIDRÓXIDOS DUPLOS LAMINARES PARA REMOÇÃO DE POLUENTES AQUOSOS	
<i>María Magdalena Costanzo</i>	
<i>Rocio Belén Garate</i>	
<i>Nora Alejandra Comelli</i>	
<i>Nora Andrea Merino</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240625	
CAPÍTULO 26	253
EFEITO DO MÉTODO DE SÍNTESE NAS PROPRIEDADES DO ÓXIDO DE CÉRIO, DESTINADO A FOTOCATÁLISE	
<i>Kimberly Paim Abeta</i>	
<i>Marie Lídio dos Santos Galvão Ribeiro</i>	
<i>Larissa Soares Lima</i>	
<i>Leila Maria Aguilera Campos</i>	
<i>Sirlene Barbosa Lima</i>	
<i>Maria Luiza Andrade da Silva</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240626	

CAPÍTULO 27	267
PRINCÍPIOS BÁSICOS DA ESTIMATIVA DE INCERTEZA APLICADOS À MEDIÇÃO DE GRANDEZAS QUÍMICAS	
<i>Cassiano Lino dos Santos Costa</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240627	
CAPÍTULO 28	282
O USO DE REDES SOCIAIS E TECNOLOGIA MÓVEL COMO FERRAMENTA DE AUXÍLIO POR PROFESSORES DA EDUCAÇÃO A DISTÂNCIA (EAD)	
<i>Eziel Cardoso da Silva</i>	
<i>Antonio Zilverlan Geermano Matos</i>	
<i>Marco Aurélio da Silva Coutinho</i>	
<i>Antônio Araújo Rodrigues</i>	
<i>Francisco Dhiêgo Silveira Figueirêdo</i>	
<i>Davi da Silva</i>	
<i>Dihêgo Henrique Lima Damacena</i>	
<i>Francisco Maycon Soares</i>	
<i>Juciane Maria de Sousa dos Santos</i>	
<i>Jose Adriano Cavalcante Alencar</i>	
<i>Enivaldo Pereira dos Santos</i>	
<i>Julianna de Sousa Santos</i>	
DOI 10.22533/at.ed.22119240628	
SOBRE A ORGANIZADORA	292

PRINCÍPIOS BÁSICOS DA ESTIMATIVA DE INCERTEZA APLICADOS À MEDIÇÃO DE GRANDEZAS QUÍMICAS

Cassiano Lino dos Santos Costa

Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear

Belo Horizonte – Minas Gerais

RESUMO: A incerteza de medição é um parâmetro não negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos a um mensurando. Na ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, a avaliação desse parâmetro é uma exigência. Portanto, práticas metrológicas correlatas ao seu cálculo e à sua avaliação devem ser consideradas por laboratórios que procuram atender aos requisitos gerais à certificação ou ao reconhecimento de competência para realizar ensaios. A estimativa de incerteza de uma medição geralmente engloba muitas componentes que, de forma geral, devem ser combinadas utilizando a lei de propagação de incerteza, que é uma aproximação de primeira ordem da expansão da série de Taylor. O presente capítulo apresenta um estudo de caso simples sobre a estimativa da incerteza de medição aplicada à medição de grandezas químicas, porém sem se aprofundar nos conceitos matemáticos e estatísticos. Utilizou-se como exemplo o ensaio de determinação de cloreto em água e efluentes líquidos. Dessa forma, demonstrou-se os princípios básicos do cálculo, bem como sua aplicação na área de

química analítica.

PALAVRAS-CHAVE: Metrologia química. Incerteza de medição. Cloreto. ABNT 17025. Titulação argentométrica.

ABSTRACT: The measurement uncertainty is a non-negative parameter that characterizes the dispersion of values assigned to a measurand. In ABNT NBR ISO/IEC 17025:2017, the evaluation of this parameter is a requirement. Therefore, metrological practices related to their calculation and evaluation should be considered by laboratories that seek to meet the general requirements for certification or recognition of competence to perform tests. The uncertainty estimation of a measurement usually encompasses many components which, in general, must be combined using the uncertainty propagation law, which is a first-order approximation of the Taylor series expansion. This chapter presents a simple case study on the estimation of the uncertainty of measurement applied to the measurement of chemical quantities, but without delving into mathematical and statistical concepts. The test for the determination of chloride in water and liquid effluents was used as an example. In this way, the basic principles of the calculation were demonstrated as well as its application in the area of analytical chemistry.

KEYWORDS: Chemical metrology.

1 | INTRODUÇÃO

Incerteza de medição é um parâmetro, associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos à grandeza que se pretende medir, ou seja, ao mensurando. No contexto da metrologia química, uma grandeza química pode ser definida como a propriedade de uma substância, que pode ser expressa quantitativamente sob a forma de um número e de uma unidade de medida (INMETRO, 2012a; JCGM, 2008). Em muitos casos, na análise química, o mensurando (ou grandeza) será a concentração de um analito em uma amostra (EURACHEM; COOPERATION ON INTERNATIONAL TRACEABILITY IN ANALYTICAL CHEMISTRY, 2012).

Na NBR ISO/IEC 17025:2017 da Associação Brasileira de Normas Técnicas (2017), que especifica os requisitos gerais para a competência, a imparcialidade e a operação consistente de laboratórios, a avaliação da incerteza de medição é uma exigência. Para cumprir esse requisito da norma, o laboratório deve identificar e considerar todas as contribuições que sejam significativas, utilizando métodos de análise apropriados.

Assim, órgãos internacionalmente reconhecidos como Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), International Electrotechnical Commission (IEC), International Federation of Clinical Chemistry (IFCC), International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC), International Organization for Standardization (ISO), International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), International Union of Pure and Applied Physics (IUPAP) e International Organization of Legal Metrology (OIML) (JCGM, 2008), além de EURACHEM e Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry (2012), National Institute of Standards and Technology (1994) e European Food Safety Authority (EFSA) Scientific Committee et al. (2018) têm publicado guias a respeito da estimativa de incerteza de medição. No Brasil, o Instituto Nacional de Metrologia, Normalização, Qualidade e Tecnologia publicou um documento orientativo com exemplos de estimativa de incerteza de medição em ensaios químicos (INMETRO, 2019) e uma versão em português do documento do JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY (INMETRO, 2012b). Já o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BRASIL, 2011) aborda a incerteza de medição em seu manual de garantia da qualidade analítica.

A incerteza de uma medição geralmente engloba muitas componentes ou fontes. Algumas delas podem ser estimadas a partir da distribuição estatística dos valores provenientes de uma série de medições (avaliação do Tipo A). Outras componentes, estimadas por uma avaliação do Tipo B, são estabelecidas a partir de funções de densidade de probabilidade baseadas na experiência ou em outras informações (INMETRO, 2012a).

Ao se estimar a incerteza, faz-se necessário tomar cada componente e tratá-la separadamente para obter a contribuição dessa fonte. Quando expressa como um desvio-padrão, uma componente de incerteza é conhecida como incerteza-padrão. Para um resultado de medição y , em que o modelo de medição é $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$, a incerteza total, denominada incerteza-padrão combinada e denotada por $u_c(y)$, é um desvio-padrão obtido pela combinação das incertezas de todas as componentes (x_1, x_2, \dots, x_n) , avaliadas usando a lei de propagação de incerteza, que é uma aproximação de primeira ordem da expansão da série de Taylor. Antes da combinação, todas as contribuições de incerteza devem ser expressas como incertezas-padrão, ou seja, como desvios-padrão (EURACHEM; CITAC, 2012). Para isso, quando se trata de uma estimativa do Tipo B, deve-se considerar a distribuição de probabilidade mais adequada aos dados. Os tipos de distribuição de probabilidade geralmente utilizados são: normal, retangular e triangular. Adota-se a distribuição normal para dados obtidos em certificados de calibração, em manuais de equipamentos, em especificações de fabricantes e outros em que o valor médio e seu intervalo são declarados juntamente com o fator de abrangência e o nível de confiança adotado. A distribuição retangular pode ser considerada nos casos em que as medições são feitas em instrumentos de visualização digital, quando há variações de volume devido à diferença de temperatura, ou em medições realizadas com vidrarias que não apresentam certificado de calibração. Já a distribuição triangular em geral é aplicada em medições realizadas em instrumentos de indicação analógica. Quando houver dúvida sobre qual tipo de distribuição adotar, recomenda-se o uso da distribuição retangular (OLIVEIRA *et al.*, 2015).

A relação geral entre a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ de um valor y e a incerteza dos parâmetros independentes x_1, x_2, \dots, x_n , da qual y depende, é

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i}\right)^2 (u_{x_i})^2} \quad \text{Eq. 1}$$

Em que y é uma função de vários parâmetros x_1, x_2, \dots, x_n ; $u_c(y)$ denota a incerteza em y que surge da incerteza (u_{x_i}) em x_1, x_2, \dots, x_n e $\frac{\partial y}{\partial x_i}$ é o coeficiente de sensibilidade, a derivada parcial de y em relação a x_i . As derivadas parciais descrevem como o valor de y varia com as mudanças nos parâmetros x_1, x_2, \dots, x_n (EURACHEM; CITAC, 2012; JCGM, 2008).

Em muitos casos, em ensaios químicos, a expressão para combinar incertezas (Eq. 1) é reduzida a duas formas muito mais simples:

1) para modelos de medição envolvendo apenas soma ou subtração, por exemplo em $y = x_1 + x_2 - x_3$, a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ é dada pela Eq. 2, uma vez que todas as derivadas parciais $(\frac{\partial y}{\partial x_1}, \frac{\partial y}{\partial x_2}$ e $\frac{\partial y}{\partial x_3})$ são iguais a +1 ou -1.

$$u_c(y) = \sqrt{u_{x_1}^2 + u_{x_2}^2 + u_{x_3}^2} \quad \text{Eq. 2}$$

2) para modelos de medição envolvendo apenas multiplicação ou divisão, por exemplo em $y = \frac{x_1 x_2}{x_3}$, a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$ é dada por:

$$u_c(y) = \sqrt{\left(\frac{\partial y}{\partial x_1}\right)^2 (u_{x_1})^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial x_2}\right)^2 (u_{x_2})^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial x_3}\right)^2 (u_{x_3})^2} \quad \text{Eq. 3}$$

Que pode ser simplificada a partir das seguintes derivadas parciais:

$$\frac{g_{x^T}}{g_{\lambda}} = \frac{x^3}{x^5} = \frac{x^T}{\lambda}$$

$$\frac{\partial y}{\partial x_2} = \frac{x_1}{x_3} = \frac{y}{x_2}$$

$$\frac{\partial y}{\partial x_3} = -\frac{x_1 x_2}{x_3^2} = -\frac{y}{x_3}$$

Assim, substituindo-as na Eq. 3, temos que:

$$u_c(y) = \sqrt{\left(\frac{y}{x_1}\right)^2 (u_{x_1})^2 + \left(\frac{y}{x_2}\right)^2 (u_{x_2})^2 + \left(\frac{y}{x_3}\right)^2 (u_{x_3})^2} \quad \text{Eq. 4}$$

Por fim, a incerteza-padrão combinada $u_c(y)$, para modelos de medição envolvendo apenas multiplicação ou divisão, é simplesmente dada por:

$$u_c(y) = y \sqrt{\left(\frac{u_{x_1}}{x_1}\right)^2 + \left(\frac{u_{x_2}}{x_2}\right)^2 + \left(\frac{u_{x_3}}{x_3}\right)^2} \quad \text{Eq. 5}$$

O estágio final resume-se em multiplicar a incerteza-padrão combinada, calculada pela Eq. 2 e/ou 5, pelo fator de abrangência (k), escolhido para obter uma incerteza expandida ($U = k \cdot u_c$). A escolha de k depende do número de graus de liberdade efetivo (v_{eff}), sendo recomendado que k seja igual ao valor bicaudal de t de Student ao nível de confiança exigido (normalmente 95%). O v_{eff} pode ser avaliado usando-se a fórmula Welch-Satterthwaite, como ilustrado na Eq. 6 (EURACHEM; CITAC, 2012).

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad \text{Eq. 6}$$

Em que n é o número de fontes de entrada, v_i o grau de liberdade referente a cada fonte de entrada, e u_i corresponde à incerteza-padrão da fonte de entrada na unidade do mensurando. A incerteza expandida é necessária para fornecer um

intervalo para abranger uma grande fração da distribuição de valores que poderiam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando

Um resultado de medição é então expresso por um único valor medido e sua incerteza de medição correspondente, juntamente com o valor de k usado e o nível da confiança associado. Sendo assim, esse parâmetro não implica dúvida sobre a validade de uma medição; pelo contrário, o conhecimento da incerteza implica maior confiança na validade de um resultado de medição (EURACHEM; CITAC, 2012; INMETRO, 2012b).

O presente capítulo tem como objetivo apresentar um estudo de caso simples sobre a estimativa da incerteza de medição aplicada à medição de grandezas químicas, sem a pretensão de aprofundar nos conceitos matemáticos e estatísticos. Para isso, será utilizado o ensaio de determinação de cloreto em água e efluentes líquidos. Dessa forma, serão demonstrados os princípios básicos do cálculo, bem como sua aplicação. Assim sendo, este capítulo torna-se um breve guia para essa estimativa.

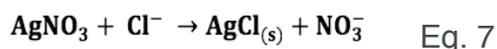
1.1 Medição da concentração do íon cloreto (Cl^-) em água e efluentes

O cloreto (Cl^-) é um dos principais ânions inorgânicos presentes na água e em efluentes líquidos. Sua distribuição na natureza geralmente está na forma de sais de sódio (NaCl), potássio (KCl) e cálcio (CaCl_2). Os métodos convencionais de tratamento de água não removem esse ânion. Concentrações altas de Cl^- podem restringir o uso da água em razão do sabor que conferem e pelo efeito laxativo que podem provocar. O paladar salgado produzido pelas concentrações de Cl^- é variável e dependente da composição química da água. Algumas águas podem ter um sabor salgado detectável se o cátion for sódio. Por outro lado, o gosto salgado típico pode estar ausente em águas em que os cátions predominantes são cálcio e magnésio. A concentração de Cl^- é maior em águas residuais do que em água bruta, porque o cloreto de sódio (NaCl), é um artigo comum da dieta e passa inalterado através do sistema digestivo. Ao longo da costa marítima, o Cl^- pode estar presente em altas concentrações devido ao vazamento de água salgada no sistema de esgotos. Também pode ser aumentado por processos industriais. Um alto teor de Cl^- pode prejudicar tubulações e estruturas metálicas, bem como plantas em crescimento (AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION; AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION; WATER ENVIRONMENT FEDERATION, 2012; BRASIL, 2013).

O Cl^- pode ser determinado pelo método titulométrico. Essa medição consiste na prática de titulações que são amplamente utilizadas em química analítica para determinar ácidos, bases, oxidantes, redutores, íons metálicos, proteínas e muitas outras espécies. O princípio de medição de Cl^- em água e efluente pelo método titulométrico (titulometria de precipitação), neste caso, é baseado nas reações que produzem os compostos iônicos de solubilidade limitada. Sem dúvida, o reagente precipitante (titulante) mais importante e o mais amplamente utilizado é o nitrato de

prata ($AgNO_3$). Os métodos titulométricos com base no $AgNO_3$ são às vezes chamados métodos argentométricos (SKOOG *et al.*, 2006).

Na argentometria, os Cl^- são precipitados sob a forma de cloreto de prata ($AgCl$), de acordo com a Eq. 7. Em uma solução neutra ou ligeiramente alcalina, o cromato de potássio (K_2CrO_4) pode indicar o ponto final da titulação. O sal $AgCl$ é precipitado quantitativamente antes da formação do K_2CrO_4 vermelho (Eq. 8) (APHA; AWWA; WEF, 2012).



Caso o pH seja alto, os íons Ag^+ precipitam como $AgOH$ e não como Ag_2CrO_4 . Caso o pH seja baixo, os íons CrO_4^{2-} são convertidos a Cr_2O_7 , impossibilitando o ponto de viragem (BRASIL, 2014).

2 | PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Equipamentos e instrumentos

- becker de 250 mL;
- pipeta volumétrica de 100 mL;
- frasco Erlenmeyer de 250 mL;
- bureta de 50 mL.

2.2 Reagentes e soluções

- hidróxido de sódio ($NaOH$) 1 mol L⁻¹;
- ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1 mol L⁻¹;
- solução-padrão de cloreto de sódio ($NaCl$) 0,0141 mol L⁻¹;
- solução indicadora de cromato de potássio (K_2CrO_4) a 5% (m/v);
- solução-padrão de nitrato de prata ($AgNO_3$) 0,0141 mol L⁻¹.

2.3 Preparo de soluções

a) Solução-padrão de nitrato de prata 0,0141 mol L⁻¹: pesar 2,3950 g de $AgNO_3$ e dissolver em um pouco de água destilada. Transferir e completar para balão volumétrico de 1 L. Padronizar contra uma solução de cloreto de sódio 0,0141 mol L⁻¹ e manter a solução em frasco âmbar protegido da luz.

b) Solução-padrão de cloreto de sódio 0,0141 mol L⁻¹ (solução padrão primário): dissolver 824,1 mg de $NaCl$ (seco a 140°C) em água livre de cloretos e diluir para 1 L.

2.4 Padronização do titulante

- usar 100 mL de NaCl 0,0141 mol L⁻¹ ou uma porção diluída a 100 mL;
- ajustar o pH entre 7 e 10 com NaOH ou H₂SO₄ 1 mol L⁻¹;
- adicionar 1 mL da solução de K₂CrO₄;
- titular com a solução de nitrato de prata 0,0141 mol L⁻¹ até o aparecimento da cor amarelo avermelhado;
- anotar o volume de nitrato de prata gasto na titulação;
- calcular a concentração real do AgNO₃ 0,0141 mol L⁻¹ usando a seguinte equação:

$$[\text{AgNO}_3] = \frac{[\text{NaCl}] \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \quad \text{Eq. 9}$$

Em que:

[AgNO₃] = Concentração real da solução de AgNO₃ em mol L⁻¹;

V_{AgNO₃} = Volume em mL da solução de AgNO₃ gasto na padronização;

[NaCl] = Concentração da solução de NaCl em mol L⁻¹;

V_{NaCl} = Volume em mL da solução de NaCl utilizado na padronização;

2.5 Amostragem

Amostras representativas devem ser recolhidas em frascos de vidro ou plástico limpos e quimicamente resistentes. A porção mínima da amostra necessária é de 100 mL. Nenhum conservante especial é necessário se a amostra for armazenada. A análise deve ser realizada dentro de 28 dias (APHA; AWWA; WEF, 2012).

2.6 Titulação da amostra

- colocar 100 mL de amostra no Erlenmeyer;
- ajustar o pH entre 7 e 10, se necessário, com NaOH ou H₂SO₄;
- adicionar 1 mL da solução indicadora de K₂CrO₄;
- titular com a solução-padrão de nitrato de prata 0,0141N até a viragem para amarelo avermelhado, que é o ponto final da titulação, conforme representado na Figura 1;
- fazer um branco da mesma maneira que a amostra;
- calcular a concentração de Cl⁻ na amostra com base no princípio de medição.

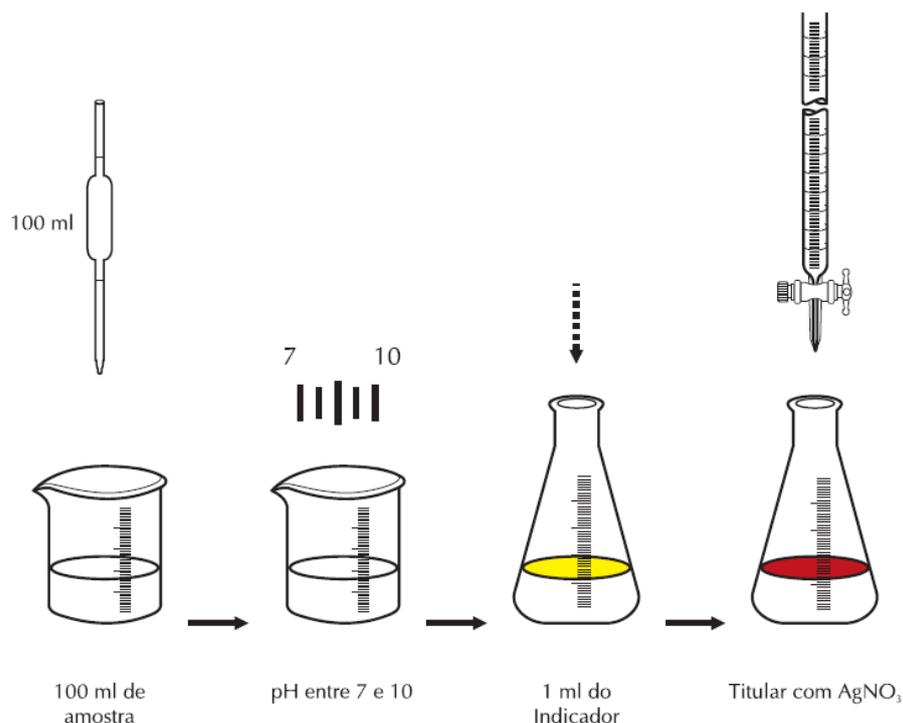


Figura 1. Fluxograma da medição da concentração de cloretos em água e efluentes líquidos utilizando o método titulométrico por argentometria

Fonte: BRASIL, 2013

3 | RESULTADO E DISCUSSÃO

3.1 Especificação do mensurando

Uma apresentação clara do que está sendo medido (grandeza de saída) foi escrita, incluindo a unidade de medida e o tipo de amostra. Especificou-se o procedimento operacional padrão utilizado para a medição da grandeza de saída, incluindo sua referência. Detalhou-se o modelo de medição, a relação entre o mensurando (grandeza de saída) e as grandezas de entrada das quais o mensurando depende:

- Grandeza de saída: Concentração (mg L^{-1}) de íons cloretos (Cl^-) em amostras de águas e efluentes líquidos.
- Procedimento: POP 001 - Ensaio - Cloretos - Rev. 00.
- Referência: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23ª edição - 4500-Cl⁻.B, argentometric method.
- Modelo de medição:

$$[\text{Cl}^-] = \frac{V_{\text{AgNO}_3} \cdot [\text{AgNO}_3] \cdot M_{\text{Cl}^-}}{V_{\text{amostra}}} \quad \text{Eq. 10}$$

Em que:

$[\text{Cl}^-]$ = Concentração de cloreto na amostra em mg L^{-1}

V_{AgNO_3} = Volume da solução de AgNO_3 gasto na titulação

$[\text{AgNO}_3]$ = Concentração real da solução de AgNO_3 em mol L^{-1}

MA_{Cl^-} = Massa atômica do elemento químico cloro em g mol^{-1}

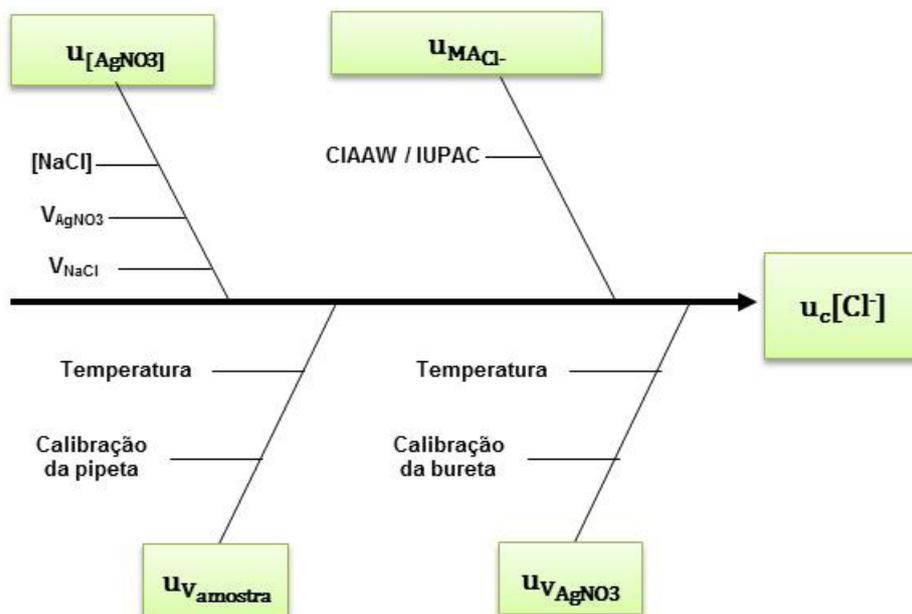
V_{amostra} = Volume em mL da amostra utilizada na titulação

Vale a pena salientar que, sempre que possível, deve-se incluir no modelo de medição correções para efeitos sistemáticos conhecidos. Por exemplo, fator de diluição, fator de conversão entre unidades e fator de recuperação.

3.2 Identificação das fontes (componentes) de incerteza

Listaram-se as possíveis fontes de incerteza, incluindo as fontes que contribuem para a incerteza sobre as grandezas de entrada no modelo de medição especificado em 3.1. Com essa informação construiu-se um diagrama de causa e efeito (diagrama de Ishikawa), mostrando como as fontes de incerteza se relacionam entre si e indicando sua influência na incerteza do mensurando. Vale destacar que pode haver outros parâmetros que não aparecem explicitamente no modelo de medição, mas que afetam os resultados da medição e, portanto, devem ser considerados. Por exemplo, precisão do procedimento e temperatura.

a) Diagrama de causa e efeito:



b) Fontes de incerteza:

$u_{[\text{AgNO}_3]}$ = incerteza da concentração real da solução de AgNO_3 (mol L^{-1})

$u_{MA_{\text{Cl}^-}}$ = incerteza da massa atômica do cloro (g mol^{-1})

$u_{V_{\text{amostra}}}$ = incerteza do volume da amostra utilizada na titulação (mL)

$u_{V_{AgNO_3}}$ = incerteza do volume da solução de $AgNO_3$ gasto na titulação (mL)

$u_c[Cl^-]$ = incerteza combinada da concentração de na amostra ($mg L^{-1}$)

3.3 Quantificação das componentes de incerteza

A incerteza resultante de todas as fontes identificadas em 3.2 foi quantificada, utilizando a avaliação do Tipo A ou a avaliação do Tipo B. Para isso, devem-se levar em consideração informações associadas ao valor de um material de referência certificado, obtidas a partir de um certificado de calibração; além de informações obtidas a partir da classe de exatidão de um instrumento de medição verificado ou obtidas a partir de limites deduzidos da experiência pessoal e de outras medições não ligadas diretamente à do mensurando, bem como daquelas da validação/verificação do procedimento.

Todas as contribuições de incertezas foram expressas como incertezas padrão (u_i), ou seja, como desvios-padrão, da seguinte forma:

a) incerteza da concentração real em $mol L^{-1}$ da solução de $AgNO_3$ ($u_{[AgNO_3]}$)

Com base na Eq. 9, tem-se como contribuição para $u_{[AgNO_3]}$ as seguintes fontes: incerteza do volume em mL da solução de $AgNO_3$ gasto na sua padronização (u_1); incerteza da concentração da solução de NaCl em $mol L^{-1}$ utilizada na padronização do titulante (u_2); e incerteza do volume em mL da solução de NaCl utilizada na padronização (u_3).

Para u_1 , tem-se incerteza do volume devido à calibração da bureta (valor U de certificado) de 0,025 mL para $k=2$, e de 0,21 mL em função da diferença de temperatura entre o laboratório no qual a calibração do instrumento foi realizada e o laboratório no qual foi feito o ensaio (distribuição retangular). Considerou-se que a temperatura do laboratório pode variar entre os limites de $\pm 10^\circ C$ ($20 - 30^\circ C$). A incerteza desse efeito foi calculada a partir da estimativa da faixa de temperatura e do coeficiente de expansão de volume. A expansão de volume do líquido é consideravelmente maior do que a do frasco, então apenas o primeiro precisa ser considerado. O coeficiente de expansão de volume da água é $2,1 \times 10^{-4} ^\circ C^{-1}$, o que leva a uma variação de volume de $100 mL \cdot 2,1 \cdot 10^{-4} ^\circ C^{-1} \cdot 10^\circ C = 0,21 mL$. Sendo assim,

$$u_1 = \sqrt{\left(\frac{0,025}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,21}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{(0,0125)^2 + (0,1212)^2} = 0,12 mL$$

$$u = \frac{U}{k}$$

Nota-se que foi considerado , devido à informação ser de um certificado

de calibração; e denominador igual $\sqrt{3}$ para transformar a variação de volume em incerteza-padrão, uma vez que foi considerada a distribuição de probabilidade triangular.

Pelo procedimento descrito em 2.3, tem-se para u_2 , componentes de incerteza provenientes da calibração da balança, valor certificado de 0,0005 g para $k = 2$. Além das incertezas do volume do balão volumétrico de 1L, cujo valor certificado é de 0,01 L para $k = 2$, e da massa molecular do NaCl, que é de 0,0032 g mol⁻¹, de acordo com os dados da Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights (CIAAW) da IUPAC (2017). Dessa forma:

$$u_2 = 0,0141 \sqrt{\left(\frac{0,00025}{0,8241}\right)^2 + \left(\frac{0,005}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0032}{58,4413}\right)^2} = 0,0001 \text{ mol L}^{-1}$$

Nota-se que foi utilizada a Eq. 5 para o cálculo de u_2 .

Para o cálculo de u_3 levou-se em consideração a incerteza do volume devido à calibração da pipeta volumétrica (valor de U certificado) de 0,020 mL para $k = 2$, e de 0,21 mL devido à diferença de temperatura. Assim:

$$u_3 = \sqrt{\left(\frac{0,020}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,21}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{(0,01)^2 + (0,1212)^2} = 0,12 \text{ mL}$$

Combinando essas três componentes de incerteza da concentração real em mol L⁻¹ da solução de AgNO₃, podemos escrever que:

$$u_{[AgNO_3]} = 0,0141 \sqrt{\left(\frac{0,12}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{0,0141}\right)^2 + \left(\frac{0,12}{100}\right)^2} = 0,0001 \text{ mol L}^{-1}$$

Esse cálculo levou em consideração o procedimento descrito em 2.4, a Eq. 5 e 9.

b) incerteza da massa atômica do cloro ($u_{MA_{Cl^-}}$)

As principais causas da incerteza de massas atômicas padrão são as variações naturais bem documentadas de abundâncias isotópicas, a limitada capacidade de determinar as abundâncias isotópicas e de especificar com precisão as massas atômicas dos isótopos. De acordo com os dados da IUPAC (CIAAW, 2017), a massa atômica padrão do cloro deve estar entre 35,446 e 35,457. Dessa forma:

$$u_{MA_{Cl^-}} = \frac{0,0055}{\sqrt{3}} = 0,003 \text{ g mol}^{-1}$$

Como os limites de foram dados sem um nível de confiança e há razões para considerar que valores extremos sejam prováveis, nesse caso é apropriado assumir uma distribuição retangular, com um desvio-padrão de $a/\sqrt{3}$.

c) incerteza do volume em mL da amostra utilizada na titulação ($u_{V_{amostra}}$)

Levou-se em consideração a incerteza do volume devido à calibração da pipeta volumétrica (valor de certificado) de 0,025 mL para $n = 2$, e de 0,21 mL devido à diferença de temperatura. Assim:

$$u_{V_{amostra}} = \sqrt{\left(\frac{0,025}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,21}{\sqrt{3}}\right)^2} = \sqrt{(0,0125)^2 + (0,1212)^2} = 0,12 \text{ mL}$$

d) incerteza do volume em mL da solução de AgNO_3 gasto na titulação ($u_{V_{\text{AgNO}_3}}$)

Nessa situação, tem-se incerteza do volume devido à calibração da bureta (valor de certificado) de 0,025 mL para $n = 2$, e de 0,084 mL devido à diferença de temperatura (Distribuição triangular - $a/\sqrt{6}$). Dessa forma, temos:

$$u_{V_{\text{AgNO}_3}} = \sqrt{\left(\frac{0,025}{2}\right)^2 + \left(\frac{0,084}{\sqrt{6}}\right)^2} = \sqrt{(0,0125)^2 + (0,034)^2} = 0,04 \text{ mL}$$

3.4 Cálculo da incerteza combinada do mensurando

Calculou-se a incerteza-padrão combinada (u_c), combinando a incerteza-padrão de cada componente (u) quantificada conforme item 3.3, utilizando a lei de propagação de incerteza. Com base na equação 10, deve-se utilizar a regra para modelos que envolvam apenas uma multiplicação ou divisão, dada pela equação 5. Sendo assim:

$$u_c([\text{Cl}^-]) = [\text{Cl}^-] \sqrt{\left(\frac{u_{V_{\text{AgNO}_3}}}{V_{\text{AgNO}_3}}\right)^2 + \left(\frac{u_{[\text{AgNO}_3]}}{[\text{AgNO}_3]}\right)^2 + \left(\frac{u_{M_{\text{AgCl}^-}}}{M_{\text{AgCl}^-}}\right)^2 + \left(\frac{u_{V_{amostra}}}{V_{amostra}}\right)^2}$$

Nota-se que essa relação é coerente com a definição de incerteza-padrão combinada, encontrada com o número de referência 2.4 no Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) (INMETRO, 2012a).

Vale ressaltar que, às vezes, é conveniente quebrar o modelo matemático original para expressões que consistem unicamente em operações abrangidas pelas equações 2 e 5.

3.5 Cálculo da incerteza expandida do mensurando

Calculou-se a número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada do mensurando, utilizando a equação 6:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4([\text{Cl}^-])}{\frac{u_{V_{\text{AgNO}_3}}^4}{v_{V_{\text{AgNO}_3}}} + \frac{u_{[\text{AgNO}_3]}^4}{v_{[\text{AgNO}_3]}} + \frac{u_{M_{\text{AgCl}^-}}^4}{v_{M_{\text{AgCl}^-}}} + \frac{u_{V_{amostra}}^4}{v_{V_{amostra}}}} \cong \infty$$

Nota-se que o número de graus de liberdade da incerteza-padrão de uma fonte (componente) de entrada estimada pela avaliação do Tipo B é considerado infinito.

Calculou-se a incerteza expandida (U), para uma probabilidade de abrangência de 95,45%, utilizando a relação $U = k \cdot u_c$ ([Cl⁻]).

Ressalta-se que o fator de abrangência só é calculado caso a incerteza dominante seja tipo A. Caso essa incerteza seja tipo B, considera-se o valor de k equivalente a 2, uma vez que se assume que o grau de liberdade do sistema é infinito.

Vale salientar que o valor de t calculado é igual ao valor de t de Student (bicaudal) associado ao número de graus de liberdade efetivos da incerteza-padrão combinada do mensurando e à probabilidade de abrangência de 95,45%.

Por fim, a incerteza expandida (U) é expressa com, no máximo, dois algarismos significativos, sendo que o valor numérico do resultado da medição deve ser apresentado com o mesmo número de casas decimais do valor da incerteza expandida.

3.6 Balanço ou planilha de incerteza

Uma planilha de incerteza consiste na formulação e na apresentação de uma incerteza de medição e suas componentes, assim como de seu cálculo e combinação. É conveniente que, nessa planilha, sejam incluídos o modelo de medição, as estimativas e incertezas de medição associadas às grandezas consideradas no modelo de medição, as covariâncias, os tipos de funções de densidade de probabilidade utilizadas, os graus de liberdade, os tipos de avaliação da incerteza de medição e o fator de abrangência (INMETRO, 2012a). O quadro 1 mostra o balanço de incerteza para o ensaio de determinação de cloreto em água e efluentes líquidos.

Grandeza	Símbolo	Valor da grandeza	Unidade de medida	Distribuição de probabilidade	Graus de liberdade (u_i)	Tipos de avaliação	Incerteza-Padrão (u_i)	Contribuição para u_c (%)
Concentração do AgNO ₃	[AgNO ₃]	0,0141	mol L ⁻¹	Normal	INFINITO	B	0,0001	74,25
Massa atômica do Cl ⁻	MA _{Cl⁻}	35,4515	g mol ⁻¹	Retangular	INFINITO	B	0,003	0,01
Volume da amostra	V _{amostra}	100,00	mL	Retangular	INFINITO	B	0,12	2,13
Volume do AgNO ₃	V _{AgNO₃}	10,00	mL	Triangular	INFINITO	B	0,04	23,62
Graus de liberdade efetivos, $u_{\text{eff}} =$			Infinito	Incerteza-padrão combinada, $u_c =$			0,41	mg L ⁻¹
Fator de Abrangência, $k =$			2,0	Incerteza expandida, $U =$			0,82	mg L ⁻¹

Quadro 1 – Planilha de incerteza de medição

Fonte: elaborado pelo autor

Vale ressaltar que nem todas as incertezas das grandezas de entrada

(componentes de incerteza) do resultado de uma medição apresentam contribuição significativa para a incerteza padrão combinada.

Observa-se que a maior contribuição para a incerteza da concentração de cloreto na amostra está associada à concentração do AgNO_3 . Portanto, se pertinente, interversões podem ser realizadas nas etapas relacionadas a essa grandeza de entrada a fim de minimizar a incerteza dos resultados; por exemplo, melhorias de instrumentos.

4 | CONSIDERAÇÕES FINAIS

A base de qualquer medição (portanto, obviamente, também a avaliação da incerteza de medição) é a definição do mensurando; o procedimento de medição utilizado deve corresponder à definição do mensurando. Todas as fontes relevantes de incerteza devem ser cuidadosamente examinadas e aquelas que são importantes devem ser levadas em conta. Os efeitos aleatórios e sistemáticos são tratados da mesma maneira quando se estima a incerteza de medição – ambos são avaliados como incertezas-padrão, que depois são combinadas na incerteza-padrão combinada. A incerteza expandida relatada deve ser declarada como a incerteza-padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência, o qual corresponde a uma determinada probabilidade de abrangência para uma distribuição com graus de liberdade efetivos. No exemplo apresentado, o resultado da medição da concentração de cloreto em água foi de $(50,0 \pm 0,8)$ mg/L, com um nível de confiança de 95,45% e $k = 2,0$.

Ressalta-se que existem outras abordagens e outros exemplos na área da metrologia química que não foram contemplados aqui. O modelo apresentado neste livro é norteador para a estimativa de incerteza de medição em ensaios físico-químicos, mas recomenda-se a consulta a outras referências que possam complementar a obtenção e a expressão dos resultados.

REFERÊNCIAS

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA); AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION (AWWA); WATER ENVIRONMENT FEDERATION (WEF). **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 23. ed. Washington, DC: APHA/AWWA/WEF, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO/IEC 17025**: requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. **Manual de garantia da qualidade analítica**: Resíduos e Contaminantes em Alimentos. Brasília: MAPA/SDA, 2011. 227 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Fundação Nacional de Saúde. **Manual de controle da qualidade da água para técnicos que trabalham em ETAS**. 1. ed. Brasília: FUNASA, 2014. 112 p.

BRASIL. Ministério da Saúde. Fundação Nacional de Saúde. **Manual prático de análise de água**. 4. ed. Brasília: FUNASA, 2013. 150 p.

COMMISSION ON ISOTOPIIC ABUNDANCES AND ATOMIC WEIGHTS (CIAAW). International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). **Atomic weights of the elements 2017**. Disponível em: <<http://ciaaw.org/atomic-weights.htm>>. Acesso em: 2 maio. 2019.

EUROPEAN FOOD SAFETY AUTHORITY SCIENTIFIC COMMITTEE et al. Guidance on Uncertainty Analysis in Scientific Assessments. **EFSA Journal**, European Union, v. 16, n. 1, 39 p., jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2018.5123>. Disponível em: <https://efsa.onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.2903/j.efsa.2018.5123>. Acesso em: 10 maio 2019.

EURACHEM; COOPERATION ON INTERNATIONAL TRACEABILITY IN ANALYTICAL CHEMISTRY. **Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement**. 3. ed. London: EURACHEM/CITAC, 2012.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **Exemplos de estimativa de incerteza de medição em ensaios químicos**: DOQ-CGCRE-019, Revisão 04. Duque de Caxias, RJ: INMETRO, 2019.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **Vocabulário Internacional de Metrologia**: Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. Duque de Caxias: INMETRO, 2012a. Título original: International Vocabulary of Metrology: Basic and general concepts and associated terms.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. **Avaliação de dados de medição**: Guia para a expressão de incerteza de medição. Duque de Caxias: INMETRO, 2012b. Título original: Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.

JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY. **Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement**. [s. l.]: JCGM, 2008.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY. **Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results**. Gaithersburg: NIST, 1994.

OLIVEIRA, C. C. de *et al.* **Incerteza de medição em ensaios físico-químicos**: uma abordagem prática. 1. ed. São Paulo: Secretaria de Estado da Saúde de São Paulo, 2015.

SKOOG, Douglas A. *et al.* **Fundamentos de Química Analítica**. São Paulo: Thomson Learning, 2006.

SOBRE A ORGANIZADORA

Carmen Lúcia Voigt: Doutora em Química na área de Química Analítica e Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Estadual de Ponta Grossa. Especialista em Química para a Educação Básica pela Universidade Estadual de Londrina. Graduada em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual de Ponta Grossa. Experiência há mais de 10 anos na área de Educação com ênfase em avaliação de matérias-primas, técnicas analíticas, ensino de ciências e química e gestão ambiental. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se uma atuação por resultado, como: supervisora de laboratórios na indústria de alimentos; professora de ensino médio; professora de ensino superior atuando em várias graduações; professora de pós-graduação *lato sensu*; palestrante; pesquisadora; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Autora de artigos científicos. Atuou em laboratório multiusuário com utilização de técnicas avançadas de caracterização e identificação de amostras para pesquisa e pós-graduação em instituição estadual.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7247-422-1

