

Incertezas combinadas em algas e água nas determinações químicas na análise com ICP-OES

(Uncertainties combined in algae and water in chemical analysis in determinations with ICP-OES)

Poliana Santos de Souza¹

¹ Instituto de Radioproteção e Dosimetria - IRD

E-mail: poliana@bolsista.ird.gov.br

Resumo: Uma das formas de se determinar alguns elementos-traço em algas e água é através de cálculos de incerteza. A espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) é amplamente utilizado nesse procedimento, pois permite a análise nas águas e em amostras sólidas. Sendo assim, foram utilizados alguns elementos (Fe, Ca e Mg) para o cálculo da incerteza.

Palavras-chave: Elementos-traço, incerteza, ICP.

Abstract: One way to determine if some trace elements in algae and water is through uncertainty calculations. Spectrometry and inductively coupled plasma optical emission (ICP-OES) is widely used in this procedure, because it allows the analysis in waters and areas of solid samples. Thus, some elements (Fe, Ca and Mg) were used to calculate the uncertainty.

Keywords: Trace elements, uncertainty, ICP.

1. INTRODUÇÃO

O ICP é a fonte espectroscópica de emissão mais utilizada.

Seu sucesso deriva de sua estabilidade, análise multielementar, amplo intervalo de linearidade, maior sensibilidade para alguns elementos.

O plasma é uma fonte de alta temperatura e produz uma sensibilidade para a maioria dos

metais e não-metais, produzindo assim resultados rápidos e úteis.

A preparação da amostra envolve desde uma simples diluição até uma dissolução parcial ou total.

Sendo assim, o artigo tem por finalidade demonstrar as incertezas combinadas dos elementos (Fe, Ca e Mg) na análise com ICP.



Figura 1: Foto ilustrativa do ICP-OES.

2. DEFINIÇÕES

2.1. Incerteza

Parâmetro associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos ao mensurando.

2.2. Incerteza padrão

Incerteza do resultado de uma medição expressa como um desvio padrão.

2.3. Incerteza padrão combinada

Incerteza padrão do resultado de uma medição, quando este resultado é obtido por meio dos valores de várias outras grandezas, sendo igual à raiz quadrada positiva de uma soma de termos, que constituem as variâncias ou co-variâncias destas outras grandezas, ponderadas de acordo com quanto o resultado da medição varia com mudanças nestas grandezas.

2.4. Incerteza expandida

Grandeza que define um intervalo em torno do resultado de uma medição com o qual se espera abranger uma grande fração da distribuição dos valores que possam ser razoavelmente atribuídos ao mensurando.

3. CLASSIFICAÇÃO DAS INCERTEZAS

3.1. Tipo A

Determinada por métodos estatísticos (contagem, repetição de medições e análises).

3.2. Tipo B

Determinada por outros métodos (fatores de correção, fator de calibração, fator de geometria).

4. MÉTODOS

Para os cálculos de incerteza, foram utilizados três elementos: Fe, Ca e Mg.

Fez-se a medição da massa, análise da amostra e depois calculou-se as incertezas combinadas e expandidas.

4.1. Composto as incertezas

O valor da incerteza total, denominada de incerteza padrão combinada, pode ser obtido compondo-se os valores das componentes do Tipo A e Tipo B.

$$u = \sqrt{\sum_i u_{Ai}^2 + \sum_j u_{Bj}^2}$$

4.2. Incerteza expandida

Incerteza expandida U é obtida, multiplicando-se o valor da incerteza padrão combinada u , pelo fator de abrangência k , correspondente ao nível ou intervalo de confiança desejado para a expressão da incerteza.

$$U = k.u$$

5. RESULTADOS

Abaixo estão os resultados obtidos após serem feitos os cálculos necessários para se obter a incerteza.

| Fonte de Incerteza | valor % | tipo | Dist.de Pro | Divisor | Incerteza padrão | | |
|--|---------|------|-------------|---------|------------------|------|------|
| Medição da Massa | 0,10 | B | Retangular | V3 | 0,06 | 0,00 | 0,00 |
| Determinação da Massa Seca | 0,13 | A | Normal | 1,00 | 0,13 | 0,02 | 0,02 |
| Medição do volume | 0,50 | B | Retangular | V3 | 0,29 | 0,08 | 0,08 |
| Certificado dos padrões | 1,00 | B | Retangular | V3 | 0,58 | 0,33 | 0,33 |
| Diluição 1 | 0,50 | B | Retangular | V3 | 0,29 | | |
| Diluição 2 | 0,50 | B | Retangular | V3 | 0,29 | 0,08 | |
| Análise da amostra | 1,03 | A | Normal | 1,00 | 1,03 | | |
| Incerteza padrão combinada relativa Uc (%) | | | | | 1,29 | 0,72 | 0,66 |
| Incerteza padrão expandida relativa Uc (%) (k=2) para um nível de confiança de 95 %. | | | | | 2,58 | 1,44 | 1,32 |

| | Algas | | | Água | | |
|--|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|
| Elemento: | Fe | | | Fe | | |
| Concentração mg/Kg | 1371,981 | | | 0,588 | | |
| Incerteza (K=2) | 36,563 | | | 0,015 | | |
| Análise da amostra | 1,082287 | | | 0,962050 | | |
| Incerteza Padrão Fixa (1,2,3,4,5,6) | 0,604187 | | | 0,604187 | | |
| Incerteza Padrão análise amostra | 1,171345 | | | 0,925540 | | |
| Incerteza padrão combinada relativa Uc (%) (k=2) para um nível de confiança de 95 %. | 1,775532 | 1,332491 | 2,664982 | 1,529728 | 1,236822 | 2,473644 |

| | Ca | | | Ca | | |
|--|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|
| Elemento: | Ca | | | Ca | | |
| Concentração mg/Kg | 2775,684 | | | 102,667 | | |
| Incerteza (K=2) | 54,234 | | | 3,447 | | |
| Análise da amostra | 0,591806 | | | 1,487849 | | |
| Incerteza Padrão Fixa (1,2,3,4,5,6) | 0,604187 | | | 0,604187 | | |
| Incerteza Padrão análise amostra | 0,350234 | | | 2,213695 | | |
| Incerteza padrão combinada relativa Uc (%) (k=2) para um nível de confiança de 95 %. | 0,954422 | 0,976945 | 1,953890 | 2,817883 | 1,678655 | 3,357310 |

| | Mg | | | Mg | | |
|--|-----------|----------|----------|-----------|----------|----------|
| Elemento: | Mg | | | Mg | | |
| Concentração mg/Kg | 3852,359 | | | 31,700 | | |
| Incerteza (K=2) | 101,466 | | | 0,850 | | |
| Análise da amostra | 1,063081 | | | 1,092777 | | |
| Incerteza Padrão Fixa (1,2,3,4,5,6) | 0,604187 | | | 0,604187 | | |
| Incerteza Padrão análise amostra | 1,130142 | | | 1,194161 | | |
| Incerteza padrão combinada relativa Uc (%) (k=2) para um nível de confiança de 95 %. | 1,734329 | 1,316939 | 2,633879 | 1,798348 | 1,341025 | 2,682050 |

6. CONCLUSÃO

Calculando-se a incerteza padrão combinada e a incerteza expandida, pode-se concluir que os resultados encontrados para os materiais estão de acordo com os valores certificados.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Paulo Lima Junior e Fernando Lang da Silveira **Revista Brasileira de Ensino da Física**, v.33, n. 2, 2003
2. Karen Harper e Adriana Paiva de Oliveira . Determinação de elementos traço em solos e lodos de esgoto por ICP-OES **Revista Analytica Junho/Julho, 2006 n. 23, p.53-59**
3. www.ige.unicamp.br/site/aulas/9/ICP-OES-alunos%20%5BModo%20de%20Compatibilidade%5D.pdf. Acesso em 17 de julho 2014
4. www.ceunes.ufes.br/downloads/2/acotta-AULA%203%20%20ICP-OES%20e%20ICP-MS.pdf. Acesso em 17 de julho 2014