

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.2 Quantificação da incerteza associada à medição de um volume

Exercícios

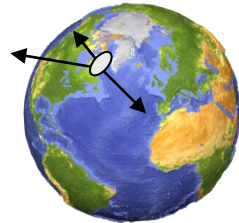
7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1.1 Princípios da pesagem

Para determinar a massa de um corpo, a balança mede o seu peso.

O peso é a força que a massa aplica no prato da balança e resulta da combinação da *força gravítica* devida à atracção entre a terra e o corpo, da componente da *força centrífuga* perpendicular à tangente da superfície da terra produzida pela rotação da terra, da *impulsão estática* e de outras forças que, podem ser eliminadas através de uma prática correcta de pesagem.



Quando é necessário efectuar medições rigorosas de massa, por pesagem, desconta-se o efeito da impulsão estática.

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

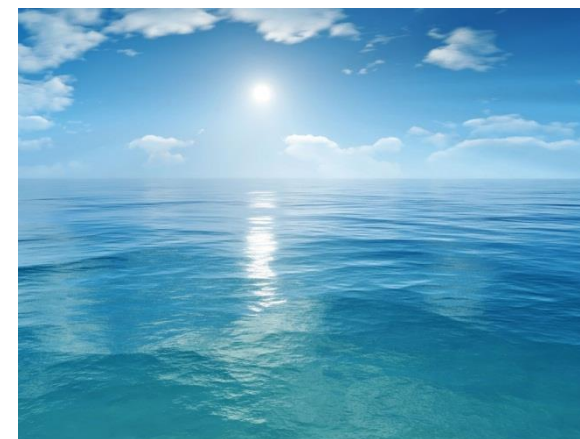
7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1.1 Princípios da pesagem

Na grande maioria das outras situações mede-se a **massa convencional** como definido pela Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) ¹²:

Esta convenção referencia as pesagens a uma massa específica do ar igual a $1,2 \text{ kg m}^{-3}$ e a uma massa específica do corpo pesado de 8000 kg m^{-3} que corresponde à pesagem de aço ao nível do mar em condições atmosféricas normais.

Normalmente, as balanças são calibradas com massas de referência com uma massa específica de 8000 kg m^{-3} , permitindo a medição directa da massa convencional considerando que a massa específica do ar é $1,2 \text{ kg m}^{-3}$. *Normalmente a massa específica do ar é muito próxima deste valor, não sendo necessário corrigir alguns desvios nas medições.*



12 - OIML Recommendation IR33, "Conventional value of the results of weighing in air", OIML.

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1.1 Princípios da pesagem

Idealmente, quando os laboratório apresentam um teor de analito em mg L^{-1} ou mg kg^{-1} devem referir que a(s) massa(s) apresentadas são massas convencionais como definido na recomendação OIML IR33.

12 - OIML Recommendation IR33, “Conventional value of the results of weighing in air”, OIML.

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1. 2 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem única

Se a pesagem for efectuada de acordo com as boas práticas, habitualmente, as fontes de incerteza contabilizadas são as seguintes:

- 1) Repetibilidade da pesagem: Estimada pelo desvio padrão de pesagens sucessivas, $u_{\text{Bal}}^{\text{Rep}}$
- 2) Calibração da balança: A incerteza associada à definição da função de calibração, $u_{\text{Bal}}^{\text{Calib}}$ resulta da combinação da incerteza associada à **sensibilidade** e **linearidade** da resposta da balança: Habitualmente, esta informação é retirada do certificado da calibração da balança.

Estas fontes de incerteza são combinadas como componentes aditivas:

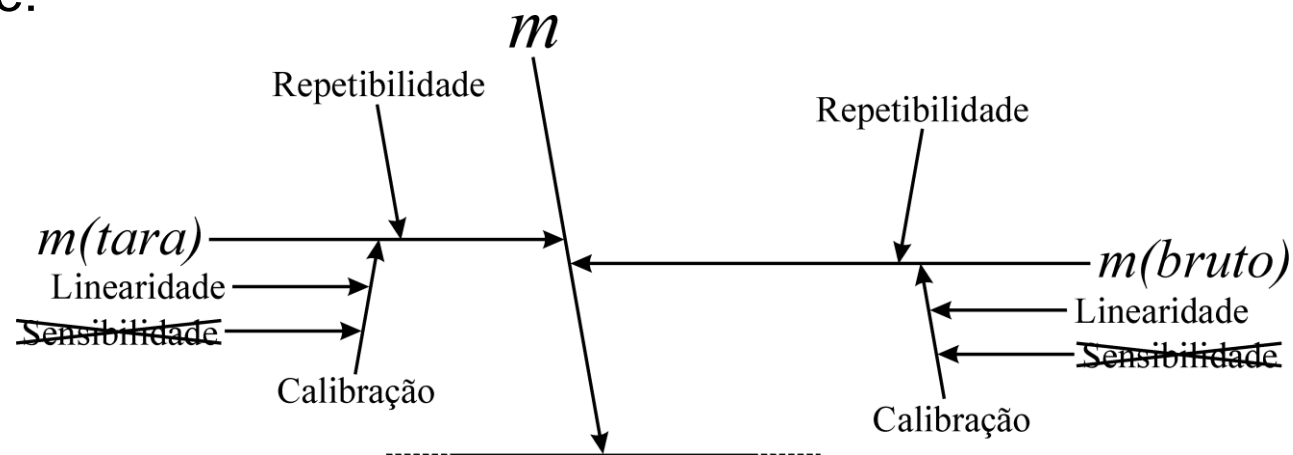
$$u_m = \sqrt{\left(u_{\text{Bal}}^{\text{Calib}}\right)^2 + \left(u_{\text{Bal}}^{\text{Rep}}\right)^2}$$

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1. 3 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem por diferença

Quando a pesagem é efectuada por diferença [$m = m(\text{bruto}) - m(\text{tara})$] as fontes de incerteza associadas à repetibilidade e à calibração da balança podem ocorrer duas vezes, no entanto, nesta última componente a incerteza associada à sensibilidade anula-se:

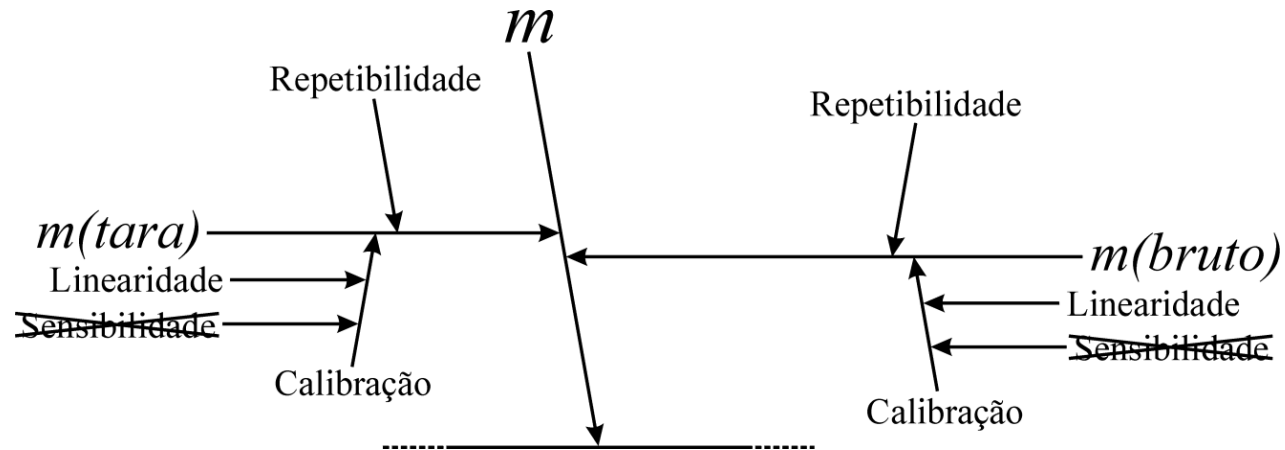


$$u_m = \sqrt{2(u_{\text{Bal}}^{\text{Calib}})^2 + 2(u_{\text{Bal}}^{\text{Rep}})^2}$$

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1. 3 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem por diferença



$$u_m = \sqrt{2(u_{\text{Bal}}^{\text{Calib}})^2 + 2(u_{\text{Bal}}^{\text{Rep}})^2}$$

A incerteza associada à calibração (*i.e.*, associada à linearidade) pode ser estimada por excesso pelo erro máximo de indicação da balança observado no certificado da calibração da balança...

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.1 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem

7.3.1. 3 Quantificação da incerteza associada a uma pesagem por diferença

Considerando uma distribuição rectangular uniforme associada à incerteza associada à linearidade da resposta da balança:

$$u_m = \sqrt{2 \left(\frac{\text{erro máximo de indicação}}{\sqrt{3}} \right)^2 + 2(u_{\text{Bal}}^{\text{Rep}})^2}$$

Massa (g)	Leitura (g) (média de 5 leit) após a revisão:	Desvio Encontrado (g)	Incerteza Combinada (Uc)
0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
0,0004	20,0000	0,0001	0,0001
0,0003	50,0000	0,0000	0,0002
0,0006	100,0002	- 0,0002	0,0003
0,0018	200,0002	- 0,0013	0,0005

Procedimento interno CONSERLAB CL-001/92
Referência: Portarias INMETRO 236/94 e a
Internacional de Metrologia Legal.
Comparar os desvios entre as indicações

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.2 Quantificação da incerteza associada a um volume

7.3.2.1. Quantificação da incerteza associada à medição isolada de um volume

Normalmente consideram-se as seguintes fontes de incerteza associadas a uma volumetria:

- 1) Incerteza associada à calibração, u_V^{Calib} : Estimada pela tolerância de material volumétrico convencional (Distribuição rectangular uniforme);
- 2) Incerteza associada à repetibilidade da manipulação, u_V^{Rep} : Estimada num estudo gravimétrico de repetibilidade (usar balança adequada);
- 3) Incerteza associada ao efeito da temperatura, u_V^{Temp} :

$$u_V^{\text{Temp}} = \frac{V \times \Delta T \times E}{1,96} \quad \left| \begin{array}{l} V - \text{volume medido;} \\ \Delta T - \text{Variação da temperatura (normal; 95 \%);} \\ E - \text{Coeficiente de expansão térmica.} \end{array} \right.$$

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.2 Quantificação da incerteza associada a um volume

7.3.2.1. Quantificação da incerteza associada à medição isolada de um volume

Normalmente consideram-se as seguintes fontes de incerteza associadas a uma volumetria:

1) Incerteza associada à calibração, u_V^{Calib} : Estimada pela tolerância de material volumétrico convencional (Distribuição rectangular uniforme);

2) Incerteza associada à repetibilidade da manipulação, u_V^{Rep} : Estimada num estudo gravimétrico de repetibilidade (usar balança adequada);

3) Incerteza associada ao efeito da temperatura, u_V^{Temp} :
$$u_V^{\text{Temp}} = \frac{V \times \Delta T \times E}{1,96}$$

Combinação das diversas fontes:

V – volume medido;
 ΔT – Variação da temperatura (normal; 95 %);
 E – Coeficiente de expansão térmica.

$$u_V = \sqrt{\left(u_V^{\text{Calib}}\right)^2 + \left(u_V^{\text{Rep}}\right)^2 + \left(u_V^{\text{Temp}}\right)^2}$$

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.2 Quantificação da incerteza associada a um volume

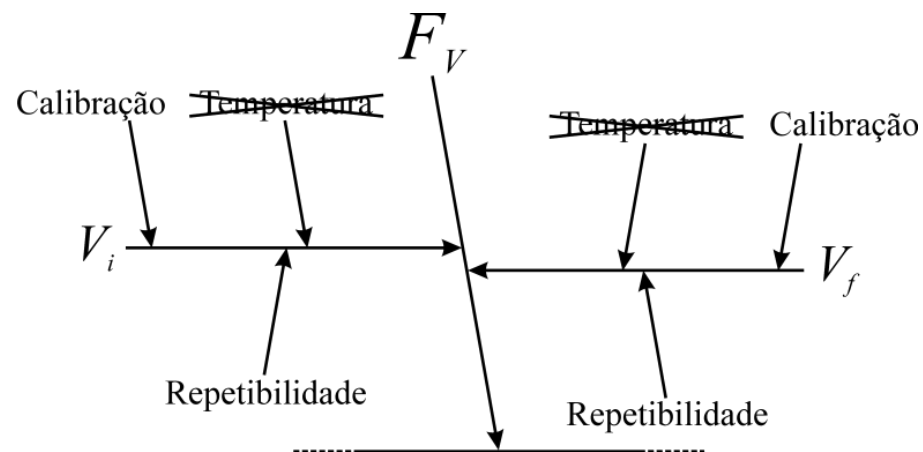
Coeficientes de expansão térmica de diversos líquidos a 20 °C	
Líquido	Coeficientes de expansão térmica a 20 °C ($\times 10^4 \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)
Acetona	1,487
Ácido acético	1,071
Ácido clorídrico, solução aquosa de 33,2 %	0,455
Ácido sulfúrico, solução aquosa de 10,9 %	0,387
Ácido sulfúrico, 100,0 %	0,558
Água	0,207
Álcool etílico, 99,3 % (v/v)	1,12
Álcool metílico	1,199
Benzeno	1,237
Cloreto de potássio, solução aquosa de 24,3 %	0,353
Cloreto de sódio, solução aquosa de 20,6 %	0,414
Clorofórmio	1,273
Fenol	1,090
Mercúrio	0,18186
Sulfato de sódio, solução aquosa de 24 %	0,410
Tetracloroeto de carbono	1,236

7.3 Quantificação da incerteza associada a etapas unitárias

7.3.2 Quantificação da incerteza associada a um volume

7.3.2.2. Quantificação da incerteza associada a volumetrias sucessivas

A incerteza associada ao efeito da temperatura anula-se em volumetrias consecutivas (Exemplo: Diluição de V_i para V_f ; $F_V = V_i/V_f$).



$$\frac{u_{F_V}}{F_V} = \sqrt{\left(\frac{u_{V_i}}{V_i}\right)^2 + \left(\frac{u_{V_f}}{V_f}\right)^2} = \sqrt{\frac{(u_{V_i}^{Calib})^2 + (u_{V_i}^{Rep})^2}{V_i^2} + \frac{(u_{V_f}^{Calib})^2 + (u_{V_f}^{Rep})^2}{V_f^2}}$$



Exercícios:

1. O Sr. Fonseca que pesa $(83,30 \pm 0,50)$ kg consumiu na mesma refeição dois alimentos contaminados com nitrito, tendo ingerido $(2,50 \pm 0,23)$ mg e $(3,93 \pm 0,18)$ mg deste composto presentes num enchido e na alface, respectivamente. As incertezas expandidas reportadas foram estimadas com um factor de expansão de 2,0.
 - a) Estime a massa de nitrito ingerida pelo Sr. Fonseca nessa refeição. Reporte o resultado com incerteza para um nível de confiança de 99 %.
 - b) Determine a massa de nitrito ingerida por quilograma de massa corporal do sr. Fonseca. Reporte o resultado com incerteza para um nível de confiança de 99 %.
2. Represente o diagrama de causa-efeito e o modelo de cálculo da concentração de uma solução $0,5 \text{ mol dm}^{-3}$ de NaNO_3 , preparada no laboratório a partir do reagente sólido.

Exercícios:



3. Um carregamento de carvão saiu de uma mina transportado em dois vagões de um comboio. Os vagões foram pesados antes e depois de carregados com o carvão. Considerando as massas pesadas e os dados do desempenho da balança, estime a massa de carvão transportada com a respectiva incerteza:

Massa do vagão I antes da carga: 178,8 ton;

Massa do vagão I depois da carga: 318 ton

Massa do vagão II antes da carga : 178,0 ton;

Massa do vagão II depois da carga : 215 ton.

Desempenho da balança de pesagem dos vagões:

Erro de indicação da balança: 750 kg de 50-200 ton;

Erro de indicação da balança: 1200 kg de 200-450 ton;

Repetibilidade das pesagens: 0,5 ton.

Exercícios:



4. Foi determinado o teor de ácido cítrico numa diluição de 1 mL para 10 mL de sumo de limão. Quantifique a incerteza associada ao factor de diluição considerando os seguintes dados:

Pipeta volumétrica de 1 mL:

Tolerância: 0,01 mL

Desvio padrão relativo de medições de volume em condições de repetibilidade: 2,3 %

Balão volumétrico de 10 mL:

Tolerância: 0,025 mL

Desvio padrão relativo de medições de volume em condições de repetibilidade: 0,76 %

Exercícios:



5. Para determinar a alcalinidade de uma água de consumo procedeu-se a uma toma de 10 mL da amostra. Calcule a incerteza expandida associada ao volume medido considerando os seguintes dados da pipeta usada :

Tolerância: 0,02 mL

Estudo da repetibilidade da pipeta:

Ensaio	Massa (g)
1	9,9857
2	9,9880
3	9,9906
4	10,0174
5	9,9858
6	9,9940
7	9,9865
8	9,9825
9	9,100
10	10,0010