



CALIBRAÇÃO DE VIDRARIAS VOLUMÉTRICAS COM SUAS RESPECTIVAS INCERTEZAS EXPANDIDAS CALCULADAS

**Danilo Cavalcante, BRAZ(1); Carlos Alberto LOPES FONTELES(2); Ayrton de Sá
BRANDIM(3)**

(1) Bolsista de Iniciação Científica. Grupo de Pesquisa em Materiais e Metrologia-G.PMM, CEFET-PI, Praça da Liberdade, 1597 Centro Norte, CEP 64000-040, Teresina-PI. E-mail: cavalte@yahoo.com.br

(2) Prof. Especialista. Universidade Federal do Piauí – Departamento de Química – DQ. Laboratório de Análises de Combustíveis – LAPETRO. Campus Universitário Ministro Petrônio Portella – Bairro: Ininga – Teresina – PI. CEP: 64049-550. E-mail: carlosfonteles@ig.com.br

(3) Prof. Dr. Grupo de Pesquisa em Materiais e Metrologia-G.PMM, CEFET-PI, Praça da Liberdade, 1597 Centro Norte, CEP 64000-040, Teresina-PI. E-mail: brandim@click21.com.br

RESUMO

Este trabalho foi desenvolvido no laboratório de análises de combustíveis automotivos (LAPETRO) do Departamento de Química da Universidade Federal do Piauí (UFPI) em conjunto com o Grupo de Pesquisa em Materiais e Metrologia (G.PMM) do Centro Federal de Educação Tecnológica do Piauí (CEFET-PI), mantendo um convênio técnico e científico. Nos ensaios químicos, a escolha da vidrarias volumétricas é um fator determinante para a exatidão da medição de volumes, podendo gerar erros significativos caso estejam descalibradas. Estas devem ser calibradas de acordo com a frequência do uso de cada vidraria e também verificar a presença de partículas de gordura, pontas lascadas ou quebradas, entre outros. Assim, é necessário que seja fornecida alguma informação sobre a validade de um determinado resultado, ou seja, um procedimento que determine sua incerteza de medição. Portanto, o objetivo principal deste trabalho é realizar calibração de um balão volumétrico de 100 mL, bureta de 10 mL, pipeta de 50 e 100 mL. Com base em equações de correção de massa de água, flutuabilidade e temperatura. Também para cada uma, foram determinados as fontes e os tipos de incertezas observadas calculadas as incertezas padrão, combinada e expandida.

Palavras-chave: Erros, calibração, Química analítica, Acidez do álcool combustível.

1. INTRODUÇÃO

A qualidade de um resultado laboratorial é sempre oriunda do uso dos procedimentos utilizados no decorrer dos ensaios, dentre estes pode ser citada como exemplo, a validação de métodos, controles internos de qualidade, participação em programas de comparação interlaboratoriais, uso adequado de materiais de referência certificados, atendimento aos requisitos de normas para reconhecimento e acreditação de laboratórios, entre outros. É de suma importância que o analista tenha conhecimento das variáveis envolvidas, destacando que seja voltada uma maior atenção para a incerteza presente em cada etapa do ensaio, desde a amostragem inicial ao resultado final [1].

Mesmo os laboratórios executando seus métodos de maneira correta, sempre irão existir erros que irão alterar os resultados das medições. Um erro é caracterizado como tendo duas componentes, uma sistemática e uma aleatória. Os erros sistemáticos ou determinados são caracterizados como sendo uma componente do erro que, no decorrer de um número de análises realizadas sob condições de repetibilidade, permanece constante ou varia de uma forma previsível. Estes são ocasionados por uma falha na execução de um experimento ou uma falha em um equipamento, não sendo reduzidos com o aumento do número de medidas realizadas sob as mesmas condições [2].

Existem três tipos de erros sistemáticos: os erros instrumentais, que são causados pelo comportamento não ideal de um instrumento, por calibrações falhas ou pelo uso do material em condições inadequadas; erros de método nos quais se originam do comportamento físico ou químico não ideal de sistemas analíticos; erros pessoais, que resultam da falta de atenção ou conhecimento do próprio analista [3].

Em relação aos erros instrumentais podem ser citados como exemplo os materiais volumétricos tais como pipetas, buretas e frascos volumétricos que podem liberar ou conter quantidades diferentes das indicadas em suas graduações; aparelhos eletrônicos que podem ocasionar erros devido às oscilações da voltagem da bateria, dependendo do seu tempo de uso, a falta de calibrações periódicas ou calibrações falhas. Variações de temperatura também podem provocar alterações em diversos componentes eletrônicos, o que pode ocasionar o fornecimento de resultados inválidos [4].

Os erros de método estão relacionados com a lentidão de algumas reações, a incompletude de outras, o fato de algumas espécies apresentarem instabilidade, falhas nas especificidades da maioria dos reagentes e a ocorrência de reações laterais que comprometem no processo de medição. Vale ressaltar que dentre os três tipos de erros citados, os erros de método são os mais difíceis de identificar e corrigir [4].

Já os erros pessoais incluem o julgamento da cor exata de uma solução no ponto final de uma titulação, o escoamento correto de um líquido em relação à graduação de uma bureta ou pipeta, a marcação correta do tempo da velocidade de uma reação ou também a estimativa da posição de um ponteiro entre duas divisões de uma escala. Todos esses tipos de julgamentos podem ocasionar alterações significativas no resultado de uma medição [4].

Segundo o VIM – Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia, o erro aleatório é caracterizado como sendo o resultado de uma medição menos a média que resultaria de um infinito número de medições do mesmo mensurando efetuadas sob as mesmas condições. Este durante um determinado ensaio não pode ser compensado, mas sim reduzido, com o aumento do número de medições [5].

Devido à existência desses erros, a determinação da vidraria a ser utilizada é essencial para a garantia de medições de volumes mais exatos. Caso os instrumentos não cumpram uma série de regras e normas de construção, como exemplo da ISO 384 na qual fornece os princípios de construção e concepção de vidrarias volumétricas, não é possível a obtenção de resultados com uma boa exatidão e repetibilidade [6].

A maior fonte de erro experimental relacionado com a utilização da vidraria volumétrica é precisamente o ajuste do menisco, também chamado de erro de paralaxe, este depende da dimensão da seção transversal do instrumento volumétrico na zona de medição. Sendo assim, estudos comprovam que quanto maior a seção transversal do instrumento, maior será o erro associado. Logo nestes casos é recomendável que o analista volte uma maior atenção para esse tipo de ajuste, de modo a obter resultados mais exatos e reprodutíveis [9].

Outra principal fonte de erro quando se utiliza vidraria volumétrica é a contaminação por partículas de gordura. Essas substâncias têm a capacidade de alterar a forma do menisco ocasionando erros de leitura significativos. No caso de instrumentos graduados a escoar, como exemplo as buretas, os líquidos a medir deixam de aderir às paredes nem camada uniforme e passam a ocasionar a formação de bolhas [6].

Portanto, deve ser sujeita a vidraria volumétrica uma verificação periódica, para que dessa forma, seja constatados sinais de degradação como, por exemplo: riscos profundos provocados por escovilhões, pontas lascadas em buretas e pipetas e superfície fosca relevando abrasão. É importante verificar a estaquicidade das torneiras das buretas, pois nesse caso a perda de uma gota é, em regra, superior a tolerância do próprio instrumento [6].

Em geral, o resultado de uma medição é considerado simplesmente uma estimativa do valor do verdadeiro do mensurando, pois tanto os instrumentos de medição, os métodos utilizados e o analista que a executa apresentam imperfeições que de certa forma irão provocar alterações no resultado final. Devido a isso a medição não estará completa se não for acompanhada de alguma indicação de qualidade, sendo esta indicada por um número que indica com uma dada probabilidade os limites em que se pode encontrar o valor verdadeiro do mensurando [7].

Este número é conhecido como incerteza de medição, onde seu cálculo obedece a determinadas regras que dependem de sua natureza (aleatória ou sistemática). O VIM – Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia conceitua a incerteza como um parâmetro associado ao resultado de uma medição, que caracteriza a dispersão de valores que podem ser fundamentalmente atribuídos ao mensurando [5].

A incerteza do resultado de uma determinada medição geralmente é gerada através de várias componentes, estas podem ser organizadas de acordo com as características do método utilizado para estimar os valores numéricos [8]. Logo, para que seja estimada a incerteza global, é necessária uma contribuição de cada um dos componentes de incerteza, podendo estes ser estimados a partir dos seguintes termos:

- Incerteza padrão (u_i);
- Incerteza padrão combinada (u_c);
- Incerteza expandida (U).

A primeira etapa para a obtenção da incerteza é calcular a incerteza padrão. Esta é relacionada com valores de entrada e é obtida através dos conhecimentos sobre as grandezas de entrada que podem influenciar na obtenção da incerteza. Esta pode ser caracterizada em dois tipos:

- **Incerteza-padrão Tipo A:** Este é oriundo de efeitos aleatórios, nos quais são obtidos a partir de experimentos realizados sob condições de repetibilidade, típicos de uma distribuição gaussiana [7]. Nesse caso, primeiramente, a forma mais indicada de se estimar o valor de uma grandeza X , para n observações independentes e do tipo repetitivas, é a média aritmética, que é dada por:

$$s = \frac{\sum_{i=1} x_i}{n} \quad [\text{Eq. 01}]$$

A incerteza padrão Tipo A está relacionada com o desvio padrão experimental, que é obtido a partir da seguinte expressão:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad [\text{Eq. 02}]$$

• **Incerteza padrão Tipo B:** Este não pode ser expresso a partir de meios estatísticos, devido ao fato de não serem obtidas através de várias observações. Estas são oriundas de julgamentos científicos, utilizando informações disponíveis sobre a variabilidade da grandeza medida. Por exemplo, [7]:

- 1) Dados de medições anteriores;
- 2) Especificação do fabricante;
- 3) Dados fornecidos do certificado de calibração
- 4) Incertezas fornecidas por referências em manuais ou outros documentos.

Dessa forma, a incerteza tipo B possui algumas distribuições mais frequentes associadas as seus componentes de incerteza. Uma dessas é a distribuição retangular, onde é caracterizada por apresentar a mesma densidade de probabilidade para todos os valores dentro dos limites “u – a” e “u + a”, e zero fora destes (gráfico 1). Seu desvio é dado por [7]:

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad [\text{Eq. 03}]$$

Logo, a distribuição retangular é usada sempre que o experimento apresentar qualquer carência de informação sobre a componente da incerteza que está sendo observado. Por exemplo, as distribuições mais comuns são as resoluções de instrumentos de indicação digital, valores importados de especificações de fabricantes, Aritmética de precisão finita [7].

Uma outra forma de distribuição que caracteriza a incerteza Tipo B é a distribuição triangular, esta é associada normalmente quando há uma maior probabilidade de ocorrência nas proximidades do valor central. É utilizada quando as informações relacionadas com a grandeza a ser estudada são menos limitadas do que para uma distribuição retangular [2]. Esta é dada por:

$$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad [\text{Eq. 04}]$$

Então, logo após a determinação das incertezas-padrão é calculado a incerteza padrão combinada, é conhecida como sendo a raiz quadrada da soma de todos os componentes que foram padronizados, sejam eles tipos A ou B. Esta pode ser demonstrada sobre cálculos complexos, mas em alguns casos dependendo das grandezas medidas, estas podem ser quantificadas em fórmulas mais simples. Duas regras simples para a combinação das incertezas padrão, são dadas abaixo [2]:

A primeira regra é associada para fórmulas que possuem uma soma ou diferença de grandezas, por exemplo, no caso de $y = (x + z + h...)$ a incerteza padrão combinada $u_c(y)$ será dada por [2]:

$$u_c(y(x, z, \dots)) = \sqrt{(\pm u_x)^2 + (\pm u_z)^2 + \dots + (\pm u_{xn})^2} \quad [\text{Eq. 05}]$$

Já a segunda regra é usada para fórmulas que apenas produto ou quociente, por exemplo, no caso de $y = (x \times z \times h \dots)$ a incerteza padrão combinada será dada por [2]:

$$u_c(y) = y \sqrt{\left(\frac{u_x}{x}\right)^2 + \left(\frac{u_z}{z}\right)^2 + \dots + \left(\frac{u_{xn}}{x_n}\right)^2} \quad [\text{Eq. 06}]$$

Logo, para a etapa final é a obtenção da incerteza expandida, multiplica-se a incerteza padrão combinada pelo fator de abrangência escolhido. Esta fornece o intervalo que abrange uma grande fração da distribuição de valores que possam ser atribuídos a um mensurando. Seguindo a seguinte equação [2]:

$$U = u_c \times k \quad [\text{Eq. 07}]$$

Dessa forma o presente trabalho tem como objetivo determinar, com razoável exatidão, as incertezas envolvidas durante a calibração de duas pipetas de 50 mL e 100mL, balão volumétrico de 100 mL, e uma bureta de 10 mL, levando em consideração as fontes e os tipos de incerteza para no final de cada aferição, determinar a incerteza global para cada vidraria.

2. MÉTODO

O método para a calibração de vidrarias volumétricas segundo os Princípios das Boas Práticas Laboratoriais (BLP), recomenda que os aparelhos devam ser calibrados antes de serem utilizados, com o intuito de verificar se a quantidade liberada por estes corresponde ao volume real contido na vidraria. Esta é realizada ocasionando a pesagem da vidraria com água e seca, obtendo apenas o peso líquido da água, a uma determinada temperatura.

Os resultados foram teoricamente calculados com base em equações de densidade (corrigida pela temperatura do experimento), expansão de volume e flutuabilidade. O cálculo dessas equações foi executado usando planilha do programa EXCEL e o gráfico feito no programa ORIGIN que ofereceram assim, uma maior rapidez na obtenção desses resultados. Sendo todas essas medições feitas nas condições de repetibilidade [7].

Para a determinação do volume corrigido [4], utilizou-se a equação abaixo:

$$V' = V[1 + \alpha(T - 20)] \quad [\text{Eq. 08}]$$

Onde:

V é o volume da água a 20°C;

T é a temperatura atual;

α = coeficiente volumétrico de expansão térmica.

Para a determinação da densidade da água usou-se a seguinte equação de 4º grau [4], equação 2, pois oferece um melhor ajustamento na curva de regressão linear:

$$d = [0,9999364 + (4,076 \times 10^{-5} \times T)] + (-6,548 \times 10^{-6} \times T^2) + (7,837 \times 10^{-6} \times T^3) + 2,932 \times 10^{-10} \times T^4 \quad [\text{Eq. 09}]$$

Quando se pesa um objeto e este desloca um volume particular de ar, a massa aparente do objeto é menor que a massa real por uma quantidade igual à massa do ar deslocado. O mesmo efeito ocorre durante a calibração de uma balança eletrônica ou mecânica com pesos-padrão. A força aparente que diminui a massa medida é chamada de flutuabilidade [4]. É necessária uma correção quando a densidade do objeto a ser pesado não for igual à densidade dos pesos-padrão. Se a massa m' é lida em uma balança, a massa verdadeira m do objeto pesado no vácuo é dada por:

$$\text{Equação de flutuabilidade:} \quad m = m' \cdot \frac{1 - \left(\frac{d_a}{d_w}\right)}{1 - \left(\frac{d_a}{d}\right)} \quad \text{equação (3)} \quad [\text{Eq. 10}]$$

Onde:

d_a =densidade do ar (0,0012g/mL próximo a 1atm e 25°C);

d_w =densidade dos pesos de calibração(em geral 8,0 g/mL);

d = densidade do objeto a ser pesado.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foi considerado como fontes de incerteza para o cálculo da incerteza em cada vidraria, o valor da calibração fornecido pelo fabricante, a incerteza devido à repetitividade das medições e a expansão volumétrica devido à variação de temperatura ocorrida no laboratório. A seguir será explicitado o cálculo da incerteza de cada vidraria.

➤ Pipeta de 50 mL

Foram realizadas 10 medições para cada pipeta, calculando as médias e seus respectivos desvios-padrão. Para o cálculo das incertezas envolvidas levou-se, em consideração a calibração do instrumento usando uma distribuição triangular, as contribuições devidas à expansão volumétrica, e a repetitividade do processo.

- Calibração

$$u(V_1) = \frac{(\pm 0,05)}{\sqrt{6}} = (\pm 0,02_0) \text{ mL, ou} \quad u(V_1) = (\pm 0,02_0) \text{ mL}$$

- Repetitividade

$$S = (\pm 0,007_0)$$

- Expansão volumétrica

$$u(V_1)_t = \frac{7,8 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times V_1}{\sqrt{3}} = \frac{7,8 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times 50 \text{ mL}}{\sqrt{3}} \quad u(V_1)_t = (\pm 0,04_7) \text{ mL}$$

Logo, a incerteza combinada do volume liberado pela pipeta de 50 mL, é:

$$u_c(V_1) = \sqrt{(\pm 0,02_0)^2 + (\pm 0,007_0)^2 + (\pm 0,04_7)^2} \quad u_c(V_1) = (\pm 0,05_1) \text{ mL}$$

Com isso, $U(V_1) = u_c(V_1) \times k$, onde $k = 2$ ao nível de 95% de confiança.

$$U = (\pm 0,1_0) \text{ mL}$$

➤ Pipeta de 100 ml

- Calibração

$$u(V_1) = \frac{(\pm 0,08)}{\sqrt{6}} = (\pm 0,03_3) \text{ mL, ou} \quad u(V_1) = (\pm 0,03_3) \text{ mL}$$

- Repetitividade

$$S = (\pm 0,01_4)$$

- Expansão volumétrica

$$u(V_1)_t = \frac{9,8 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times V_1}{\sqrt{3}} = \frac{9,8 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times 100 \text{ mL}}{\sqrt{3}} \quad u(V_1)_t = (\pm 0,1_2) \text{ mL}$$

Logo, a incerteza combinada do volume liberado pela pipeta de 100 mL, é:

$$u_c(V_1) = \sqrt{(\pm 0,03_3)^2 + (\pm 0,01_4)^2 + (\pm 0,1_2)^2} \quad u_c(V_1) = (\pm 0,1_2) \text{ mL}$$

Com isso, $U(V_1) = u_c(V_1) \times k$, onde $k = 2$ ao nível de 95% de confiança.

$$U = (\pm 0,2_4) \text{ mL}$$

➤ **Balão de 100 mL**

Foram realizadas 5 medições para o balão de 100 mL, calculando as médias e seus respectivos desvios-padrão. Para o cálculo das incertezas envolvidas levou-se, em consideração a calibração do instrumento usando uma distribuição triangular, as contribuições devidas à expansão volumétrica, e a repetitividade do processo.

- Calibração

$$u(V_1) = \frac{(\pm 0,08)}{\sqrt{6}} = (\pm 0,03_3) \text{ mL, ou} \quad u(V_1) = (\pm 0,03_3) \text{ mL}$$

- Repetitividade

$$S = (\pm 0,004_6)$$

- Expansão volumétrica

$$u(V_1)_t = \frac{11 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times V_1}{\sqrt{3}} = \frac{11 \times (2,1 \times 10^{-4}) \times 100 \text{ mL}}{\sqrt{3}} \quad u(V_1)_t = (\pm 0,1_3) \text{ mL}$$

Logo, a incerteza combinada do volume liberado pela pipeta de 100 mL, é:

$$u_c(V_1) = \sqrt{(\pm 0,03_3)^2 + (\pm 0,004_6)^2 + (\pm 0,1_3)^2} \quad u_c(V_1) = (\pm 0,1_3) \text{ mL}$$

Com isso, $U(V_1) = u_c(V_1) \times k$, onde $k = 2$ ao nível de 95% de confiança.

$$U = (\pm 0,2_6) \text{ mL}$$

➤ **Bureta de 10 mL**

Pelo fato da bureta apresentar irregularidades no decorrer de seu tubo, foram realizadas 10 medições para cada ponto a seguir: de 0 a 0,5 mL; 0 a 1,0 mL; 0 a 2,0 mL; 0 a 4,0 mL; 0 a 6,0 mL; 0 a 8,0 mL e de 0 a 10,0 mL, calculando as médias e seus respectivos desvios-padrão.

Assim, obtiveram-se dois novos conjuntos de dados correlacionados: as médias de cada conjunto de 0 a 0,5 mL; 0 a 1,0 mL; 0 a 2,0 mL; 0 a 4,0 mL; 0 a 6,0 mL; 0 a 8,0 mL e de 0 a 10,0 mL obtidos pela bureta e as respectivas médias obtidas pela balança (Tabela 2). Construindo com esses dados, uma curva de regressão linear, usando a técnica dos mínimos quadrados, no qual resultou em uma correlação perfeita ($r = 0,99999$), demonstrando a satisfatória correção utilizada por esta técnica.

Para o cálculo das incertezas envolvidas levou-se, em consideração a calibração do instrumento usando uma distribuição triangular, as contribuições devidas à expansão volumétrica, e a repetitividade do processo (Tabela 1).

Tabela 1. Médias dos volumes liberados pela bureta com suas respectivas incertezas.

Volumes (mL)	Média dos Volumes	$u(V_1)$ Calibração	S Repetitividade	$u(V_1)_i$ Expansão volumétrica	$u_c(V_1)$ Incerteza Combinada	U Incerteza Expandida
0,5	0,4934	0,0082	0,0023	0,012	0,015	$\pm 0,030$
1,0	0,9975	0,0082	0,0045	0,012	0,0015	$\pm 0,030$
2,0	2,0122	0,0082	0,0090	0,010	0,0012	$\pm 0,032$
4,0	4,0120	0,0082	0,0080	0,011	0,012	$\pm 0,032$
6,0	5,9895	0,0082	0,0074	0,011	0,016	$\pm 0,032$
8,0	7,9904	0,0082	0,0050	0,011	0,015	$\pm 0,030$
10,0	9,9833	0,0082	0,0105	0,012	0,018	$\pm 0,036$

Tabela 2 - Volumes nominais e as médias de 10 réplicas com seus respectivos desvios padrões.

Volumes (mL)	MÉDIAS DE 10 RÉPLICAS DE ÁGUA MILLI-Q	
	Massas médias calculadas pelo volume da bureta transformadas em volume (g)	Volumes a 20°C (g)
0,5	0,4934 ($\pm 0,002$)	0,4923 ($\pm 0,002$)
1,0	0,9974 ($\pm 0,003$)	0,9954 ($\pm 0,003$)
2,0	2,0122 ($\pm 0,006$)	2,0087 ($\pm 0,006$)
4,0	4,0120 ($\pm 0,006$)	4,0045 ($\pm 0,006$)
6,0	5,9895 ($\pm 0,005$)	5,9778 ($\pm 0,005$)
8,0	7,9904 ($\pm 0,004$)	7,9749 ($\pm 0,004$)
10,0	9,9833 ($\pm 0,007$)	9,9631 ($\pm 0,009$)

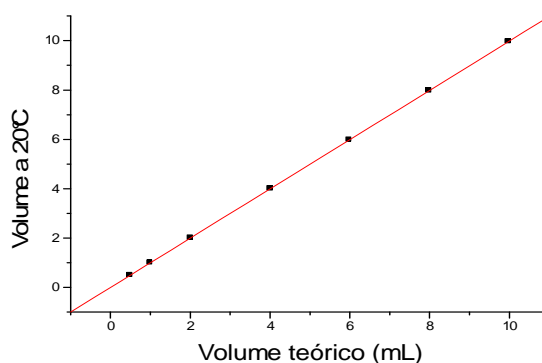


Gráfico 1 - Reta de Regressão linear das médias dos sete conjuntos do processo calculado e da massa lida pela balança.

4. CONCLUSÃO

A calibração periódica das vidrarias volumétricas é um fator essencial para a obtenção de resultados mais confiáveis, com o intuito da diminuição da incerteza. Estas devem ser corretamente utilizadas por pessoal qualificado, ser ocasionado nas mesmas um programa de calibração, também levando em conta os aspectos ambientais.

As grandezas que mais contribuíram para a determinação da incerteza foram à variação de temperatura existente no laboratório, devido ao mesmo não possuir a temperatura estabilizada, e o ajuste do menisco nessas vidrarias que depende principalmente da experiência e conhecimentos possuídos pelo analista.

Portanto, com a implementação da incerteza nesse tipo de experimento, oferece uma maior confiabilidade de seus resultados, podendo estes ser comparados com outros valores, adaptando o custo a necessidade do laboratório, a aceitação de um cliente ou um órgão certificador e ocasionando através desse resultado, a interpretação de todo o processo de medição.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] PONÇANO, V. **Qualidade em saúde:** Competência laboratorial e ensaios de proficiência: avanços e desafios. Disponível em: http://www.anvisa.gov.br/institucional/snvs/coprh/seminario/qualidade_saude_vera.pdf
- [2] EURACHEM / CITAC Guide CG 4, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Second Edition. ISBN 0 948926 15 5.
- [3] BACCAN, N; ANDRADE, J.C; GODINHO, O. E. S. & BARONE, J.S., Química analítica quantitativa elementar, 3ª ed., Editora Edgar Blucher, São Paulo: Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.
- [4] SKOOG, Douglas A.: et al. Fundamentos de Química analítica. 8ª ed. São Paulo: Pioneira Thomson Learning, 2006.
- [5] Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM. Portaria Inmetro 029 de 1995.
- [6] FARIA, I. **Qualidade em saúde:** Causas de erro de medição volumétrica no laboratórios. Disponível em: http://www.iqs.pt/pdf/02-2004r/iqs9_p41.pdf.
- [7] SARAIVA, C.P. VENTURINI, N.E.; Simplificando o cálculo da incerteza de medição em ensaios e calibrações rotineiras. In: ENQUALAB-Encontro para a qualidade de laboratórios.2003, São Paulo, Brasil.
- [8] Incerteza de medição. PUC-Rio-Certificação Digital Nº 0116460/CA.
- [9] BATISTA E.et al. Influência da leitura do menisco na calibração de equipamento volumétrico.

AGRADECIMENTOS

Ao CEFET-PI pela bolsa de iniciação científica, em especial ao Prof. Dr. Ayrton de Sá Brandim, ao LAPETRO (Laboratório de análises de combustíveis) pela disponibilidade da execução das análises em seu espaço físico e de todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.