

4. Resultados e Discussão

Em função da necessidade em comparar os resultados obtidos através da técnica de infravermelho com àqueles obtidos por ICP-OES, bem como o MRC utilizado não conter uma informação específica quanto ao teor de ZDDP presente, optou-se por expressar os resultados em termos de teor de fósforo. No entanto, se tratando de sua futura aplicação no controle de qualidade de lubrificantes pode-se trabalhar diretamente com curvas de calibração expressas em % m/m de ZDDP ao invés de % m/m de fósforo.

4.1. Espectro de Infravermelho dos Aditivos

Os espectros de absorção de infravermelho na faixa de número de onda de 4000 – 450 cm^{-1} foram obtidos a fim de identificar as bandas do ZDDP em diferentes aditivos, Figura 11 e Figura 12.

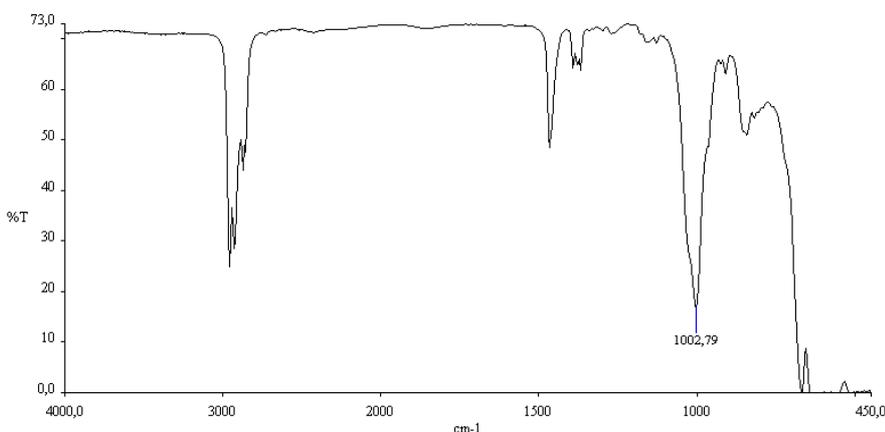


Figura 11 - ___ Filme do Aditivo X. Concentração de fósforo: 8,15 % m/m

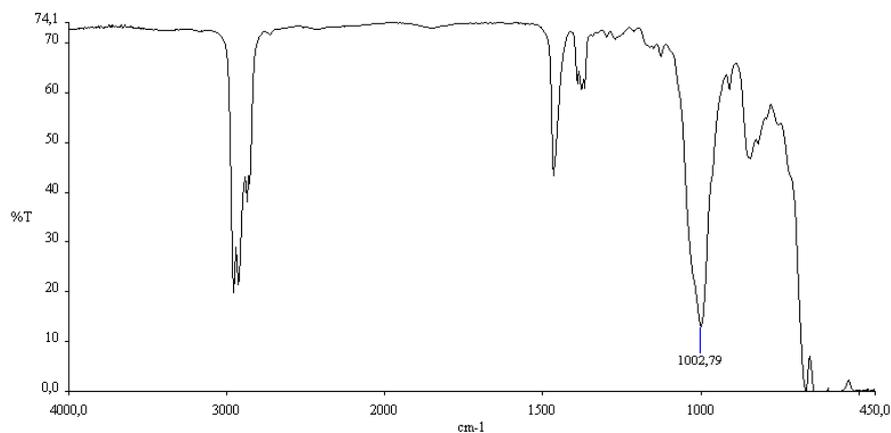


Figura 12 - ___ Filme do Aditivo Y. Concentração de fósforo: 8,00 % m/m

Observando-se os espectros dos aditivos podemos verificar uma banda de maior intensidade na região de número de onda $1002,79 \text{ cm}^{-1}$. Esta região caracteriza-se pela absorção de energia da vibração da ligação P-O-(C).

A Figura 13 nos mostra os espectros sobrepostos dos aditivos X e Y, onde pode ser observado que os dois aditivos apresentam o pico referente à ligação P-O-(C) no mesmo número de onda.

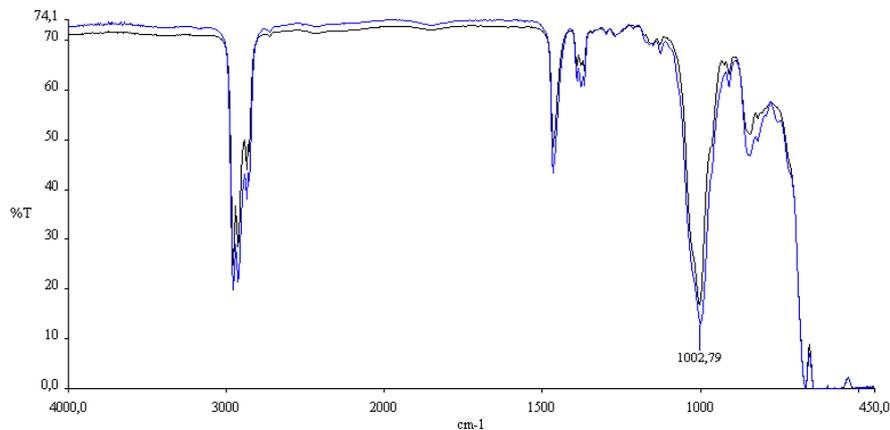


Figura 13 - Espectro sobreposto dos Aditivos X e Y

4.2. Validação do Método

Os procedimentos empregados na validação do método seguiram a DOQ-CGCRE-008 INMETRO, Orientações Sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos.

Os Parâmetros de Validação empregados foram:

- 1- Faixa de trabalho, Faixa linear de trabalho e Linearidade
- 2- Sensibilidade
- 3- Especificidade e Seletividade
- 4- Exatidão e tendência (bias)
- 5- Precisão
- 6- Robustez
- 7- Incerteza de medição

4.2.1. Definições

4.2.1.1. Faixa de trabalho, Faixa linear de trabalho e Linearidade

A faixa de trabalho deve cobrir toda a faixa de aplicação para a qual o ensaio vai ser usado. A faixa de trabalho e a faixa linear de trabalho podem ser diferentes para cada tipo de amostra, devido ao efeito das interferências provenientes da matriz (INMETRO DOQ-CGCRE-008). A faixa de trabalho de 0,0770 a 0,1500 % m/m de fósforo foi escolhida baseando-se nas concentrações empregadas nos produtos estudados.

A linearidade é a habilidade de um método analítico em produzir resultados que sejam diretamente proporcionais à concentração do analito em amostras, em uma dada faixa de concentração (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.2. Sensibilidade

É um parâmetro que demonstra a variação da resposta em função da concentração do analito (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.3. Especificidade e Seletividade

Um método que produz resposta para apenas um analito é chamado específico. Um método que produz respostas para vários analitos, mas que pode distinguir a resposta de um analito da de outros, é chamado seletivo (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.4. Exatidão e Tendência

Exatidão do método é definida como sendo a concordância entre o resultado de um ensaio e o valor de referência aceito como convencionalmente verdadeiro. A exatidão, quando aplicada a uma série de resultados de ensaio, implica numa combinação de componentes de erros aleatórios e sistemáticos (tendências) (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.5.Precisão

Avalia a dispersão dos resultados entre ensaios independentes, repetidos de uma mesma amostra, amostras semelhantes ou padrões, em condições definidas. As duas formas mais comuns de expressá-las é por meio da repetitividade e reprodutibilidade, sendo usualmente expressa pelo desvio padrão (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

Repetitividade: é o grau de concordância entre os resultados de medições sucessivas de um mesmo mensurando, efetuadas sob as mesmas condições de medição.

Reprodutibilidade: é o grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições variadas de medição.

4.2.1.6.Robustez

A robustez de um método de ensaio mede a sensibilidade que este apresenta face às pequenas variações (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.7.Incerteza de Medição

Os estudos de validação produzem dados de desempenho global do método e fatores de influência individuais que podem ser aplicados à estimativa da incerteza associada aos resultados do método em rotina (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

4.2.1.8.Limite de detecção (LD) e Limite de quantificação (LQ)

LD: é o menor valor de concentração do analito ou da propriedade que pode ser detectado pelo método (INMETRO DOQ-CGCRE-008).

LQ: é a menor concentração do analito que pode ser determinada com um nível aceitável de precisão e veracidade (INMETRO DOQ-CGCRE-008).