



**Eliane Monsores Miguel**

**Determinação de chumbo em querosene e em  
óleo lubrificante por voltametria de redissolução  
anódica usando eletrodo de filme de bismuto e  
amostra preparada em meio microemulsionado.**

**Dissertação de Mestrado**

Dissertação apresentada como requisito parcial para  
obtenção do título de Mestre pelo Programa de Pós-  
Graduação em Química da PUC-Rio.

Orientadores: Pércio Augusto Mardini Farias  
Ricardo Queiroz Aucélio

Rio de Janeiro  
Fevereiro de 2008



**Eliane Monsores Miguel**

**Determinação de chumbo em querosene e em  
óleo lubrificante por voltametria de redissolução  
anódica usando eletrodo de filme de bismuto e  
amostra preparada em meio microemulsionado.**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção  
do título de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em  
Química da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora  
abaixo assinada.

**Prof. Pércio Augusto Mardini Farias**

Orientador

Departamento de Química - PUC-Rio

**Prof. Ricardo Queiroz Aucélio**

Co-orientador

Departamento de Química – PUC-Rio

**Dra. Katia Christina Leandro Antunes**

FIOCRUZ - Rio

**Profa. Andréa Fernandes Arruda**

Instituto de Química - UFG

**Profa. Isabel Maria Neto da Silva Moreira**

Departamento de Química - PUC-Rio

**Profa. Letícia Regina de Souza Teixeira**

Departamento de Química - PUC-Rio

**Prof. José Eugenio Leal**

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico -PUC-Rio

Rio de Janeiro, 29 de fevereiro de 2008.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, da autora e do orientador.

### **Eliane Monsores Miguel**

Graduou-se em Química licenciatura plena pela Universidade Severino Sombra (USS) em 1998. Trabalhou no Senai exercendo a função de técnica nos laboratórios de alimentos e bebidas durante 4 anos.

#### Ficha Catalográfica

Miguel, Eliane Monsores

Determinação de chumbo em querosene e em óleo lubrificante por voltametria de redissolução anódica usando eletrodo de filme de bismuto e amostra preparada em meio microemulsionado / Eliane Monsores Miguel; orientadores: Pércio Augusto Mardini Farias, Ricardo Queiroz Aucélio. – 2008.

132 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (Mestrado em Química)– Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

Inclui bibliografia

1. Química – Teses. 2. Voltametria de redissolução anódica. 3. Microemulsão. 4. Querosene. 5. Óleo lubrificante. 6. Chumbo. 7. Incerteza de medição. I. Farias, Pércio Augusto Mardini. II. Aucélio Ricardo Queiroz. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Química. IV. Título.

CDD:540

A Deus.  
A minha família pelo  
total apoio e compreensão.  
Ao Caetano pelo carinho.  
Ao Wagner Pacheco e a  
Alessandra Licursi pela  
valiosa ajuda.

" Se tentou e fracassou, se planejou e viu seus planos ruírem, lembre-se de que os maiores homens da história foram produtos da coragem, e a coragem bem sabemos, nasce no berço da adversidade." (autor desconhecido)

## Agradecimentos

Aos meus orientadores, Ricardo Aucélio e Pércio Farias pela orientação e confiança.

Ao CNPq pela bolsa concedida.

A FINEP, FAPERJ e MCT.

Aos professores da banca examinadora.

A família do LEEA Alessandra, Cabrini, Elaine, Selma, Wagner, Flávia Marques, Flávia Figueiredo, Maria Rita, Adriana, Marina, Camila, Thiago, Diego, Gabriel, Sônia, Paulo e Júnior pelo excelente convívio durante todo este tempo.

Ao técnico Rodrigo do laboratório de absorção atômica pela realização dos experimentos.

Ao técnico Anselmo pela ajuda durante as análises e por sua amizade.

Aos ascensoristas Jorge e Noberto pelas conversas diárias.

A Bete, Rose e Zuleide pela limpeza dos laboratórios e pelos momentos de alegria.

A Lígia, Carlos e Marlene da secretaria pela ajuda sempre que precisei.

Aos técnicos de laboratórios Carlão, Jorjão, Valdeto, André, Charles e Henrique pela amizade;

A secretária Fátima pela paciência, amizade e auxílio em todos os momentos.

Ao colega Carlos Eduardo pela ajuda mesmo de longe.

A colega Alessandra Licursi pela valiosa ajuda na parte de validação e incerteza e na montagem da apresentação.

Aos meus amigos queridos que sempre torceram por mim: Graziele, Rachel, Camila, Vera, Marisa, Luiza, Lucinha, Márcio, Marcelo, Pablo, Anderson e Adriano.

Aos amigos que fiz no Senai.

Aos meus pais Antônio e Luiza, ao Luiz(padrasto) e minha irmã Alessandra por todo o incentivo e por terem entendido minha ausência nesses últimos anos.

Ao Caetano por toda ajuda e incentivo.

Ao grande amigo que fiz na PUC Wagner Pacheco pelo aprendizado no equipamento e auxílio durante todo o trabalho, sem o qual não teria conseguido.

## Resumo

Miguel, Eliane Monsores; Farias, Pécio Augusto Mardini. **Determinação de chumbo em querosene e em óleo lubrificante por voltametria de redissolução anódica usando eletrodo de filme de bismuto e amostra preparada em meio microemulsionado.** Rio de Janeiro, 2008. 132p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Neste trabalho foi desenvolvida uma metodologia analítica visando determinar chumbo em querosene e em óleo lubrificante. A voltametria de redissolução anódica com o eletrodo de filme de bismuto (BiFE) foi empregada com a medição do analito nas amostras realizada em meio microemulsionado. O modo de varredura utilizado foi o de onda quadrada (SWV) sendo o desempenho do BiFE comparado com o desempenho observado com o uso do eletrodo de gota pendente de mercúrio (HMDE), este tradicionalmente utilizado nas análises voltamétricas de metais. Na otimização da composição da microemulsão (ME) para o querosene obteve-se melhor resultado, em termos de estabilidade e resposta analítica, com 77% de 1-propanol, 13% de fase aquosa (5% ácido nítrico concentrado e 8% água) e 10% de amostra v/v (valores percentuais em volume). No caso da ME para óleo lubrificante a composição otimizada foi 80% de butanol, 10% de fase aquosa (sendo 5% de ácido nítrico concentrado e 5% de água) e 10% amostra dissolvida em xileno. Em ambos os casos, o ácido nítrico serviu como fonte de eletrólitos e para a conversão de espécies químicas metalo-orgânicas de chumbo para a forma inorgânica. Após a otimização dos parâmetros instrumentais, os limites de detecção ( $3s_b/a$ ) foram estimados na ordem de  $\text{nmol L}^{-1}$  independentemente do eletrodo empregado. Testes de recuperação em material de referência certificado (NIST 1085a) e em amostras fortificadas com Pb (tanto na forma inorgânica quanto na metalo-orgânica) indicaram valores recuperados entre 98 e 100%. Os resultados foram confirmados por análises das mesmas amostras por espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica. Foi realizado um estudo para avaliar a magnitude das fontes de incerteza de medição voltamétrica de chumbo e o impacto de cada uma das fontes na incerteza combinada. Verificou-se que a contribuição relacionada com a preparação das soluções (padrões e amostras) foi a mais relevante, indicando a necessidade de se traçar novas estratégias de preparação de soluções e de amostragem para a minimização da incerteza combinada. A partir desse estudo, mostrou-se a viabilidade do uso de meio microemulsionado na determinação eletroanalítica de metais em frações de petróleo mais pesadas.



## **Palavras-chave**

Voltametria de redissolução anódica; microemulsão; querosene; óleo lubrificante; chumbo; incerteza de medição.

## Abstract

Miguel, Eliane Monsores; Farias, Pércio Augusto Mardini. **Determination of lead in kerosen and in lubricating oil by anodic stripping voltammetry using bismuth-film electrode and sample preparation as microemulsion.** Rio de Janeiro, 2008, 132p. Masters Degree – Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In the presente work, was developed an analytical method aiming the determination of lead in kerosen and in lubricating oil. Anodic redissolution voltammetry with a bismuth-film electrode was employed by measuring the analyte in the sample microemulsions. Square-wave scanning mode (SWV) was employed and the BiFE performance was compared to the one achieved using the static drop mercury electrode (HDME), the later a more traditional electrode for voltammetric analysis for metals. The optimization of the composition of kerosene microemulsion (ME) indicated best results, in terms of stability and analytical response, with 77% of 1-propanol , 13% of aqueous phase (5% concentrated nitric acid and 8% water) and 10% of sample (percent values in volume). For the lubricating oil, the ME composition was 80% of buthanol , 10% of aqueous phase (5% concentrated nitric acid and 5% water) and 10% of sample previously dissolved in xylene. In both cases, the nitric acid played a role as a source of electrolytes and in converting lead metallo-organic species in the inorganic form. After the optimization of experimental parameters, limits of detection were in the  $\text{nmol L}^{-1}$  range no matter the type of electrode employed. Recovery tests in certified reference materials (NIST 1085a) and in lead-fortified samples (either with inorganic and metallo-organic form) indicated recovered values between 98 and 100%. These results were confirmed by analyzing the same samples by electrothermal atomic absorption spectrometry. A study was also made to evaluate the measurement uncertainty sources and magnitudes of the voltammetric determination of lead and the impact of each of the sources in the combined uncertainty. As a result, the contribution of the preparation of solutions (samples and standards) was found to be the most relevant source of uncertainty, indicating the need for establishing alternative strategies for such procedures, aiming the minimization of the combined uncertainty. This work has demonstrated the viability of using microemulsions for eletroanalytical determination of metals in petroleum fractions.

## **Keywords**

Anodic stripping voltammetry; microemulsion; kerosene; lubricating oil; lead; measurement uncertainty .

## Sumário

1 Introdução: a análise de metais em petróleo e derivados	22
1.1. O petróleo e seus derivados.	22
1.1.1. Metais (em especial o chumbo) em combustíveis e em óleo lubrificante.	25
1.1.2. Querosene de Aviação (QAV).	27
1.1.3. Óleo lubrificante.	28
1.1.4. Determinação de Pb em querosene e em óleo lubrificante.	29
1.2. Microemulsão (ME).	31
1.3. Voltametria.	33
1.3.1. Conceitos básicos.	33
1.4. Voltametria de onda quadrada.	39
1.5. Voltametria de redissolução e voltametria adsortiva de redissolução.	42
1.6. Eletrodo de filme de bismuto (BiFE).	43
1.7. Objetivos.	44
1.7.1. Objetivo geral.	44
1.7.2. Objetivos específicos.	45
2 Materiais e métodos.	47
2.1. Reagentes.	47
2.2. Instrumentação.	47
2.2.1. Analisador polarográfico.	47
2.2.2. Equipamentos auxiliares.	49
2.3. Procedimentos.	50
2.3.1. Lavagem do material.	50
2.3.2. Preparação de amostras e padrões.	51
2.3.3. Procedimentos para a medida eletroquímica.	52
3 Otimizações experimentais e instrumentais.	53
3.1. Otimização da composição das MEs de querosene e de óleo lubrificante visando aplicação eletroquímica.	53
3.2. Otimização dos parâmetros instrumentais para determinação de chumbo em querosene e em óleo lubrificante usando eletrodo de filme de	

bismuto.	57
3.2.1. Estudo do efeito da influência da concentração de Bi (III) para formação <i>in situ</i> do filme de bismuto.	57
3.2.2. Estudo do potencial de deposição do chumbo no filme de bismuto.	59
3.2.3. Estudo do tempo para a deposição do chumbo no filme de bismuto.	61
3.2.4. Estudo da influência da amplitude de pulso.	63
3.2.5. Estudo da influência do incremento da varredura.	67
3.2.6. Estudo da influência da frequência de pulsos.	68
3.3. Otimização dos parâmetros instrumentais para determinação de chumbo em querosene e em óleo lubrificante usando eletrodo de gota pendente de mercúrio.	71
3.3.1. Estudo do potencial de deposição.	71
3.3.2. Estudo do tempo de deposição de chumbo no HMDE.	72
3.3.3. Estudo da influência da amplitude de pulso.	74
3.3.4. Estudo da influência do incremento de varredura.	76
3.3.5. Estudo da influência da frequência de pulso.	78
3.4. Estudo da escolha do tamanho da gota.	79
4 Validação do método e incerteza de medição.	81
4.1. Parâmetros analíticos de mérito.	81
4.1.1. Resposta Linear.	82
4.2. Capacidade de detecção.	88
4.2.1. Limite de detecção (LD).	89
4.2.2. Limite de quantificação (LQ).	89
4.2.3. Precisão.	90
4.2.3.1. Repetitividade ( $r$ )	91
4.2.3.2. Reprodutibilidade interna ( $R$ )	92
4.3. Testes de recuperação e avaliação da aplicabilidade dos métodos.	94
4.3.1. Testes de recuperação em óleo lubrificante usando MRC.	95
4.3.2. Testes de recuperação em ME de querosene fortificada.	96
4.4. Incerteza de medição voltamétrica de Pb.	97
4.4.1. Etapas gerais para a estimativa da incerteza da medição usando a proposta do ISO GUM.	98
4.4.2. Incerteza associada à repetitividade ( $u_r$ ).	101
4.4.3. Incerteza associada à reprodutibilidade ( $u_R$ ).	101
4.4.4. Incertezas associadas às soluções críticas ( $u_{sol}$ ).	102

4.4.5. Incertezas associadas à curva de calibração ( $u_{\text{curva}}$ ).	103
4.4.6. Incertezas combinada ( $u_c$ ) e incerteza expandida ( $U$ ).	105
4.5. Considerações finais.	106
5 Conclusão	108
6 Referências bibliográficas	110
7 Anexos	116

## Lista de figuras

Figura 1- Estrutura das microemulsões.	32
Figura 2 - Forma de aplicação do potencial na voltametria de onda quadrada (adaptado de Souza,2004)	40
Figura 3 - Voltamogramas esquemáticos de onda quadrada onde (1) representa um processo redox de um sistema reversível e (2) de um sistema irreversível (adaptado de Souza,2003).	41
Figura 4- a) Potenciostato/galvanostato BASi Epsilon EC Epsilon; b) Torre da BAS CGME mostrando o eletrodo de gota pendente de mercúrio (HMDE) e a cela de borosilicato montada com o eletrodo de trabalho, o eletrodo de referência e eletrodo auxiliar (Fonte <a href="http://www.bioanalytical.com">www.bioanalytical.com</a> ).	48
Figura 5 - Representação esquemática da cela de trabalho com três eletrodos (adaptado Aleixo,L. M.).	49
Figura 6 - Esquema do circuito do operador operacional do potenciostato/galvanostato de três eletrodos (adaptado de Aleixo, L. M.).	49
Figura 7 - ME de óleo lubrificante.	55
Figura 8 - ME de querosene	55
Figura 9 - Efeito da presença de diferentes quantidades de ácido nítrico concentrado no sinal de Pb (II) em ME de querosene.	56
Figura 10 - Efeito da presença de diferentes quantidades de ácido nítrico concentrado no sinal de Pb (II) em ME de óleo lubrificante.	56
Figura 11 - Voltamogramas típicos de Pb (II) em meio contendo 5% de ácido nítrico (A) e seu respectivo branco (B).	57
Figura 12 - Efeito da quantidade adicionada de Bi (III) $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ no sinal do Pb (II) $4 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	58
Figura 13 - Efeito da quantidade adicionada de Bi(III) $1000 \mu\text{g mL}^{-1}$ no sinal do PB (II) $4 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	59
Figura 14 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb(II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	60
Figura 15 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb(II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	61

Figura 16 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	62
Figura 17 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	63
Figura 18 - Voltamogramas de redissolução anódica de Pb em ME de querosene utilizando duas amplitudes de pulso diferentes: (A) 25mV e (B) 150mV.	64
Figura 19 - Voltamogramas de redissolução anódica de Pb em ME de óleo lubrificante utilizando duas amplitudes de pulso diferentes: (A) 25mV e (B) 200mV.	65
Figura 20 - Efeito da aplicação de diferentes valores de amplitude de pulso no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	66
Figura 21 - Efeito da aplicação de diferentes valores de amplitude de pulso no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	66
Figura 22 - Efeito da aplicação de diferentes valores de incremento de varredura no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	67
Figura 23 - Efeito da aplicação de diferentes valores de incremento de varredura no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	68
Figura 24 - Efeito da aplicação de diferentes valores de frequência de pulso no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene usando BiFE.	69
Figura 25 - Efeito da aplicação de diferentes valores de frequência de pulso no sinal do Pb (II) $7 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante usando BiFE.	70
Figura 26 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ no HMDE a partir da ME de querosene.	71
Figura 27 - Efeito da aplicação de diferentes potenciais de deposição no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ no HMDE a partir da microemulsão de óleo lubrificante.	72
Figura 28 - Efeito da aplicação de diferentes tempos de deposição no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene utilizando o HMDE.	73
Figura 29 - Efeito da aplicação de diferentes tempos de deposição no sinal	



do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante utilizando o HMDE.	74
Figura 30 - Efeito da aplicação de diferentes valores de amplitude de pulso no sinal do Pb(II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene utilizando HMDE.	75
Figura 31 - Efeito da aplicação de diferentes valores de amplitude de pulso no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante utilizando HMDE.	75
Figura 32 - Voltamogramas de redissolução anódica de Pb (II) em (A) ME de querosene e em (B) ME de óleo lubrificante, utilizando 2 mV de incremento de varredura.	76
Figura 33 - Efeito da aplicação de diferentes valores de incremento de varredura no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene, utilizando HMDE.	77
Figura 34 - Efeito da aplicação de diferentes valores de incremento de varredura no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em microemulsão de óleo lubrificante, utilizando HMDE.	77
Figura 35 - Efeito da aplicação de diferentes valores de frequência de pulso no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de querosene utilizando o HMDE.	78
Figura 36 - Efeito da aplicação de diferentes valores de frequência de pulso no sinal do Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em ME de óleo lubrificante utilizando o HMDE.	79
Figura 37 - Curva de adição padrão de Pb (II) para a ME de querosene usando o BiFE.	84
Figura 38 - curva de adição padrão de Pb (II) para a ME-querosene usando HMDE.	85
Figura 39 - Voltamogramas de concentração crescente de Pb (II) em ME de querosene usando BiFE.	85
Figura 40 - Voltamogramas de concentração crescente de Pb (II) em ME de querosene usando HMDE.	86
Figura 41 - curva de adição padrão de Pb(II) para a ME de óleo lubrificante usando BiFE.	87
Figura 42 - curva de adição padrão de Pb(II) para a ME de óleo lubrificante usando HMDE.	87
Figura 43 - Resposta analítica do Pb(II) em ME de querosene utilizando	

uma faixa maior de concentração de analito no BiFE.	88
Figura 44 - Diagrama de causa e efeito.	99
Figura 45 - Gráfico de barras mostrando a contribuição das incertezas usando BiFE.	107
Figura 46 - Gráfico de barras mostrando a contribuição das incertezas usando HMDE.	107

## Lista de tabelas

Tabela 1 - Produtos do refino dos diferentes tipos de petróleo e suas características.	23
Tabela 2 - Produtos provenientes do refino do petróleo por faixa de destilação e principais aplicações (Doyle, 2001).	24
Tabela 3 - Concentrações típicas de alguns metais-traço em combustíveis destilados (Sella, 1990).	25
Tabela 4 - Principais diferenças entre microemulsões e emulsões	32
Tabela 5 - Alguns trabalhos publicados a partir do ano de 2006 que fazem uso do BiFE.	44
Tabela 6 - Resumo das condições instrumentais escolhidas para determinação voltamétrica de Pb (II) em MEs de querosene e de óleo lubrificante usando BiFE.	70
Tabela 7 - Resumo das condições instrumentais escolhidas para determinação voltamétrica de Pb (II) $2 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ em MEs de querosene e de óleo lubrificante utilizando HMDE.	80
Tabela 8 - Parâmetros da curva de calibração de Pb por adição de padrões <sup>a</sup> obtidas em ME de querosene usando medição voltamétrica com BiFE e com HMDE.	84
Tabela 9 - Parâmetros da curva de calibração de Pb por adição de padrões <sup>a</sup> obtidas em ME de óleo lubrificante usando medição voltamétrica com BiFE e com HMDE.	86
Tabela 10 - Parâmetros de capacidade de detecção do Pb (II).	90
Tabela 11 - Repetitividade do método (medições de Pb (II) $5 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ )	92
Tabela 12 - Resultados da recuperação do Pb em ME de óleo lubrificante usando NIST1085a.	95
Tabela 13 - Resultados da recuperação do Pb em ME de querosene usando fortificação com o analito.	96
Tabela 14 - Valores de incerteza para as medições voltamétricas de Pb(II) em ME de querosene usando BiFE e HMDE.	105

## Lista de Abreviaturas

AAS – Espectrometria de absorção atômica  
AFS – Espectrometria de fluorescência atômica  
ANOVA – Análise de variância  
ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária  
ASV – Voltametria de redissolução anódica  
BiFE – Eletrodo de Filme de bismuto  
ET AAS – Espectrometria de absorção atômica com forno de grafite  
GCE – Eletrodo de carbono vítreo  
HMDE – Eletrodo de gota pendente de mercúrio  
ICP-MS – Espectrometria de massas  
ICP-OES – Espectrometria de emissão atômica  
INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial  
LD – Limite de detecção  
LQ – Limite de quantificação  
ME – Microemulsão  
MQ<sub>dentro</sub> – Mínimos quadrados de cada analista  
MQ<sub>entre</sub> – Mínimos quadrados entre analistas  
MRC – Material de referência certificado  
NIST – National Institute of standards and Technology  
O/W – Óleo em água  
QAV – Querosene de aviação  
r – Coeficiente de correlação  
R – Coeficiente de determinação  
RSD – Desvio padrão relativo  
SWV – Voltametria de onda quadrada  
TEL – chumbo tetraetila  
U – Incerteza expandida  
U<sub>c</sub> – Incerteza combinada  
U<sub>curva</sub> – Curva de calibração  
U<sub>mp</sub> – Incerteza da micropipeta  
U<sub>r</sub> – Repetitividade

$U_R$  – Reprodutibilidade

$U_{sol}$  – solução crítica

W/O – Água em óleo