

- AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Guia para qualidade em química analítica**. Brasília, 2004. V.1, 77p.
- ALEIXO, L.M. **Voltametria: conceitos e técnicas**. www.chemkeys.com. Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, São Paulo, 40p. 2003.
- ANDRADE, J. C. de; CUELBAS, C. J.; EIRAS, S. de P. Spectrophotometric determination of Mo (VI) in steel using a homogeneous ternary solvent system after single-phase extraction. **Talanta**. V. 47, p. 719-727, 1998.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Norma NBR/IEC 17025:2005**:
- AUCÉLIO, R. Q.; SOUZA, R. M. de; CAMPOS, R. C. de; MIEKELEY, N.; SILVEIRA, C. L. da. The determination of trace metals in lubricating oils by atomic spectrometry. **Spectrochimica Acta part B**, v. 62, p. 952-961, Maio. 2007.
- Aviation Jet Fuel Information. <http://www.esgnetwork.com/jetfuel.html> . Acesso em 28.dez.2007.
- BARD, A. J.; FAULKNER L. R. **Electrochemical methods fundamentals and applications**. New York, John Wiley & Sons, 2001..
- BAREK, J.; FOOG, A. G.; MUCK, A.; **J. Critic. Reviews in Anal. Chem.**, v. 31, n. 4, 2001.
- BELMAN, H. M. Oil debris monitoring. **Avionics Magazine Bulletin**, v. 1667, 1986.
- BRANDÃO, G. P.; CAMPOS, R. C. de, CASTRO, V. R. de, JESUS, H. C. de. Determination of manganese in diesel, gasoline and naphtha by graphite furnace atomic absorption spectrometry using microemulsion medium for sample stabilization. **Spectrochimica Acta Part B**. v. 63, p. 880-884, 2008.
- BUREAU INTERNACIONAL DE PESOS E MEDIDAS – BIPM, 2007.
- CAPEK, I., Preparation of metal nanoparticles in water-in-oil (w/o) microemulsions. **Advances in Colloid and Interface Science**, v.110, p. 49-74, 2004.

- CARDARELLI, E., CIFANI, M., MECOZZI, M., SECHI, G. Analytical application of emulsions: determination of lead in gasoline by atomic absorption spectrophotometry. **Talanta**, v.33, n. 3, p. 279-280, 1986.
- CARDOSO, C. E.. Voltametric determination of copper and lead in gasoline using sample preparation as microemulsions. **Analytical Science**. V. 23, 9. p. 1065-1069, 2007.
- CARDOSO, C. E. **Desenvolvimento e estudo comparativo de metodologias espectrofluorimétrica e voltamétrica para a determinação de talidomida em um fármaco, urina e soro sanguíneo**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2003. (Dissertação de Mestrado).
- CITAC/EURACHEM, **Determinando a incerteza na medição analítica**. 1ª edição brasileira, 2002.
- CUNHA, A.L.M.C. da. **Desenvolvimento e validação de método fosforimétrico em substrato de celulose para determinação de criseno e pireno**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2007. (Tese de Doutorado).
- DEMETRIADES, D. *et al.* **Analytica Chimica Acta**, v. 519, p. 167-172, 2004.
- DOYLE, A.M.O.M, **Determinação da interação do dodecanotiol e do ácido hexanóico com o cobre e sua influência na degradação do óleo diesel**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2001. (Tese de Doutorado).
- ECONOMOU, A. Bismuth-film electrodes: recent developments and potentialities for electroanalysis. **Trends in Analytical Chemistry**. v. 24, (4), 2005. p. 334-340.
- ECONOMOU, A. VOULGARPOULOS, A. On-line stripping voltammetry of trace metals at a flow-through bismuth-film electrode by means of a hybrid flow-injection/sequential-injection system. **Talanta**, v. 71, p. 758-765, 2007.
- EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH. Operation and service manual. Model 384B, Polarographic analyser.
- FARAH, M. A., **Caracterização de petróleos e produção de derivados**. Programa de formação Petrobrás – curso de química de Petróleo. Salvador: Petrobrás, 2006. HARRIS, D. C., **Análise química quantitativa**. Rio de Janeiro, LTC, 6 ed., 2005. 876p.
- HUTTON, E. A. *et al.* An introduction to bismuth film electrode for use in cathodic electrochemical detection. **Electrochemistry Communication**, v. 3, p. 707-711, 2001.
- HUTTON, E. A. *et al.* Bismuth film electrode for anodic stripping voltammetric determination of tin. **Anal. Chimica Acta**, v. 580, 2006. p.244-250.

- INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA E QUALIDADE INDUSTRIAL. **DOQ – CGCRE – 008**: orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos. 2006. Rev. 00.
- JIAJIE, L., NAGAOSA, Y. Cathodic stripping voltammetric determination of As(III) with in situ plated bismuth-film electrode using the catalytic hydrogen wave. **Anal. Chimica Acta**. v. 593, 2007. 1-6p.
- JORGE, E. O., NETO, M. M. M., ROCHA, M. M. A mercury-free electrochemical sensor for the determination of thallium (I) based on the rotating-disc bismuth film electrode. **Talanta**, v. 72, 2007, 1392-1399 p.
- KEFALA, G., Economou, A., Sofoniou, M. Determination of trace aluminium by adsorptive stripping voltammetry on a preplate bismuth-film electrode in the presence of cupferron. **Talanta**, v. 68, 2006, 1013-1019 p.
- KEFALA, G., Economou, A. Polymer-coated bismuth film electrode for the determination of trace metals by sequential-injection analysis/anodic stripping voltammetry. **Analytica Chimica Acta**, v. 576, p. 283-289, 2006.
- LEGEAI, S., B. STÉPHANIE, VITTORI, O. A copper bismuth film electrode for adsorptive cathodic stripping analysis of trace nickel using square wave voltammetry. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 591, 2006. p. 93-98.
- LIBSTER, D., ASERIN, A., GARTI, N. A Novel dispersion method comprising a nucleating agent solubilized in a microemulsion, in polymeric matrix: I. Dispersion method and polymer characterization. **Journal of Colloid and Interface Science**, vol, 299, 2006. p. 172-181.
- LOVRIC, M. BRANICA, M., J. **Electroanal. Chem.**, 1987 p. 226-239.
- LOVRIC, M. J. **Electroanal. Chem.**, 1988. p. 239-248.
- MCELROY, F., MENNITO, A., DEBRAH, R. T. Uses and applications of inductively coupled plasma mass spectrometry in the petrochemical industry. **Spectroscopy**, vol 13, 1985. p. 42-53.
- MUNHOZ, R.A.A.; OLIVEIRA, P.V.; ANGNES, L. Combination of ultrasonic extraction and stripping analysis: an effective and reliable way for the determination of Cu and Pb in lubricating oils. **Talanta**, v. 68, p. 850-856, 2006.
- MUNHOZ, R.A.A.; SILVA, C.S.; OLIVEIRA, P.V.; ANGNES, L. Potentiometric stripping analysis for simultaneous determination of copper and lead in lubricating oils after total digestion in a focused microwave-assisted oven. **Microchim. Acta**, 149, 2005. p. 199-204.
- NUWER, M.J., O' DEEA, J.J., OSTERYOUNG, J. Título. **Anal. Chim. Acta**, v. 251, 13, 1991.

- OLIVEIRA, A. G. DE, SCARPA, M. V., CORREA, M. A., CERA, L. F. R., FORMARIZ, T. P. Microemulsões: estrutura e aplicações como sistema de liberação de fármacos. **Química Nova**, v. 27, n.º 1, 2004. p. 131-138.
- PACHECO, W. F., **Desenvolvimento e comparação de métodos voltamétricos para a determinação de ciclofenil e primaquina em medicamentos e urina**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2004. (Dissertação de Mestrado).
- PANIGATI, M., PICCONE, M., D' ALFONSO G., ORIOLI M., CARINI, M. **Talanta**, v. 58, 481, 2002.
- PLAMBECK, J. A. **Electroanalytical chemistry: basic principles and applications**. John Wiley & sons, New York, 1982.
- PRIOR, C., Lenehan, C.E., Walter, G.S. Utilising gallium for enhanced electrochemical copper analysis at the bismuth film electrode. **Analytica Chimica Acta**, v. 598, 2007. p. 65-73.
- REYES, M. N. M. **Estudos para a determinação de Ni e Pb em líquidos orgânicos estabilizados na forma de microemulsões por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2003. (Dissertação de Mestrado).
- REYNOLDS, J. G., Nickel in petroleum refining. **Petroleum Sciences and Technology**, v. 19, 2001. p. 979-1007.
- RIBANI, M., *et al.* Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004,.
- ROSELL, A., PALET, C., VALIENTE, M. Solvent impregnated hollow fibre for a selective preconcentration of Pb(II) in an on-line determination by flame atomic absorption spectrometry. v.370, p. 141-149, 1998.
- SANTOS, H. R., **Determinação de metais em gasolina por espectrometria de absorção atômica no forno de grafite, utilizando microemulsões**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2002. (Tese de Doutorado).
- SEGURA, R., Toral, M.I., Arancibia, V. Determination of iron in water samples by adsorptive stripping voltametry with a bismuth film electrode in the presence of 1-(2-piridylazo)-2-naphthol. **Talanta**, 2007.
- SELLA, S.M. **Estudo da determinação direta de Cu, Ni, Fe, e Pb em querosene por espectrometria de absorção atômica no forno de grafite**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 1990. (Dissertação de Mestrado).
- SILVA, I.A., **Estabilização de cobre e chumbo em combustível de aviação utilizando sistemas multicomponente visando a determinação por espectrometria de absorção atômica**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 1996. (Tese de Doutorado).

- SKOOG, A. D., HOLLER, F. J., NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**. Porto Alegre, Bookman, 5. ed., 2002. 836p.
- SOUSA, D. DE, COOGNOTO, L., MALAGUTTI, A. R., TOLEDO, R. A., PEDROSA, V. A., OLIVEIRA, R. T., MAZO, L. H., AVACA, L. A., MACHADO, S. A. S., Voltametria de onda quadrada: segunda parte - aplicações. **Química Nova**, v. 27, n. 5, 790-797, 2004.
- SOUSA, DE MACHADO, MACHADO, S.A.S., AVACA, L.A., Voltametria de onda quadrada: primeira parte - aspectos teóricos. **Química Nova**, v. 26, n. 1, p. 81-89, 2003.
- STROBEL, H.A. **Chemical Instrumentation: A systematic approach to instrumental analysis**. London: Addison-Wesley, 2. ed., 1973. SWARTZ, M. E., KRULL, I.S. **Pharm. Technol.**, v. 2, n. 12, 1998.
- SYNCHRA, V., LANG, I., SEBOR, G., Analysis of petroleum products by atomic absorption spectroscopy and related techniques. **Progress in Analytical Atomic Spectrometry** 1981. p. 342-402.
- TIMUR, S., Anik, U. Anal. A-glucosidase based bismuth film electrode for inhibitor detection. *Analytica Chimica Acta*. 598, 2007, 143-146 p.
- Pcserver.iqm.unicamp.br/~wloh/cursos/qp832/aula_micro_alex.pdf Acesso em 18/06/2007.
- TONIETTO, G. B. **Determinação de chumbo e cobre no estudo da estabilidade do óleo diesel**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 1995. (Tese de Doutorado).
- TRIGGIA, A.; CORREIA, C. A. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo, Rio de Janeiro**. Editora Interciência, 2001.
- VARNES, A. W. Analytical methods for the analysis of petroleum products. **Spectroscopy**, p. 28-33, 1985.
- VOLCABULÁRIO INTERNACIONAL DE TERMOS FUNDAMENTAIS E GERAIS DE METROLOGIA – VIM. Portaria INMETRO, n. 029 de 1995. Editora: Senai. 72p. 2007.
- VINHOZA, M.M., **Determinação de acidez forte em derivados de petróleo para controle de estabilidade**. PUC-Rio, Rio de Janeiro, 1997. (Dissertação de Mestrado),
- WANG, J. LU, J.; HOCEVAR, S. B.; FARIAS, A. M. Bismuth-coated carbon electrodes for anodic stripping voltammetry. **Anal. Chem.**, v. 72, n. 14, p. 3218-3222, 2000.
- WANG, J. **Stripping analysis**. VCH Publishers, 1985.

- WANG, J., *et al.* Catalytic adsorptive stripping voltammetric measurements of trace vanadium at bismuth film electrodes. **Talanta**, v. 69, p. 914-917, 2006.
- WANG, J., LU J.; HOCEVAR, S. B.; FARIAS, P. A. M. Bismuth-coated carbon electrodes for anodic stripping voltammetry. **Anal. Chem.**, v. 72, p. 3218-3222, 2000.
- XU, H. *et al.* A nafion-coated bismuth film electrode for the determination of heavy metals in vegetable using differential pulse anodic stripping voltammetry: an alternative to mercury-based electrodes. **Food Chemistry**,
- YANG, M. *et al.* Differential pulse anodic stripping voltammetry detection of metallothionein at bismuth film electrodes. **Talanta** , v. 69, 1162-1165, 2006p.

7 Anexos

I – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação do LD e LQ do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

II – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação do LD e LQ do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

III – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da reprodutibilidade e Repetitividade do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

IV – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da reprodutibilidade e Repetitividade do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

V - Certificado do CRM (SRM – 1085a – Wear-metals in oil).

VI - Certificado da calibração da vidraria – Micropipeta 100-1000 μ L).

VII - Certificado da calibração da vidraria – Micropipeta 20-200 μ L).

VIII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da curva analítica do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

IX - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da curva analítica do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

X – Tutorial da Curva analítica.

XI - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de analista e ME usando BiFE.

XII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de analista e ME usando HMDE.

XIII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de ME usando BiFE.

XIV - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de ME usando HMDE.

XV – Tutorial das Incertezas.

Anexo I - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação do LD e LQ do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

$$y = 3477581,22x + 0,21$$

x [Pb] mol L ⁻¹	y (uC)		
1,87E-09	0,2035	Coef.angular (a)	3477581
7,19E-10	0,2075	Coef. Linear (b)	0,21
4,31E-09	0,2250	Vol. querosene (mL)	10
3,57E-09	0,2224		
5,69E-09	0,2298		
2,96E-09	0,2203		
2,96E-09	0,2203		
1,61E-09	0,2156		
2,56E-09	0,2189		
3,91E-09	0,2236		
desvpad (s _b)	7,97E-03		

LD (3xs _b)/a	6,88E-09	na cela
LQ (10xs _b)/a	2,29E-08	
LD x 10	6,88E-08	no querosene
LQ x 10	2,29E-07	

Anexo II – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação do LD e LQ do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

$$y = 8670000,00 + 0,02$$

x [Pb] mol L ⁻¹	y (u.a.)		
2,65E-10	0,0177	Coef.angular	8670000
1,25E-09	0,0092	Coef. linear	0,02
2,08E-10	0,0182	Vol. querosene (mL)	10
3,00E-10	0,0174		
3,58E-10	0,0169		
4,61E-11	0,0196		
1,18E-09	0,0098		
5,31E-10	0,0154		
1,61E-10	0,0186		
3,11E-10	0,0173		
desvpad (s _b)	3,60E-03		

LD (3xs _b)/a	1,25E-09	na cela
LQ (10xs _b)/a	4,16E-09	
LD x 10	1,25E-08	no querosene
LQ x 10	4,16E-08	

Anexo III – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da reprodutibilidade e repetitividade do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

Querosene		Troca de analista		Troca de ME	
N° de replicatas	Analista 1	Analista 2	N° de replicatas	Mesma ME	Troca ME
1	7,27E-08	7,11E-08	1	1,36E-07	1,59E-07
2	9,47E-08	8,53E-08	2	1,56E-07	1,24E-07
3	7,91E-08	9,47E-08	3	1,58E-07	1,25E-07
4	1,02E-07	1,13E-07	4	1,53E-07	1,32E-07
5	1,13E-07	1,18E-07	5	1,62E-07	1,74E-07
6	1,19E-07	1,17E-07	6	1,65E-07	1,97E-07
7	1,17E-07	1,19E-07	7	1,70E-07	1,27E-07
8	1,05E-07	1,19E-07	8	1,75E-07	1,39E-07
9	9,81E-08	1,04E-07	9	1,78E-07	1,36E-07
10	1,14E-07	1,12E-07	10	1,37E-07	1,34E-07
Media	1,01E-07	1,05E-07	Media	1,59E-07	1,45E-07
desvpad	1,57E-08	1,65E-08	desvpad	1,43E-08	2,43E-08
DPR (%)	15	16		9	17

Análise com troca de ME

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	1,58984E-06	1,58984E-07	2,03196E-16
Coluna 2	10	1,44695E-06	1,44695E-07	5,92047E-16

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,02091E-15	1	1,02091E-15	2,567546393	0,126479835	4,413873405
Dentro dos grupos	7,15719E-15	18	3,97622E-16			
Total	8,1781E-15	19				

$$s_{\text{entre}}^2 = (MQ_{\text{entre}} - MQ_{\text{dentro}}) / n$$

6,23E-17

$s_R = \text{raiz}(s_{\text{entre}}^2)$

7,89E-09 mol L⁻¹

$R = (s_R / \text{média}) \times 100$

5 %

Análise com troca de analista

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	1,01326E-06	1,01326E-07	2,46211E-16
Coluna 2	10	1,05243E-06	1,05243E-07	2,72947E-16

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	7,66955E-17	1	7,66955E-17	0,295460842	0,593411097	4,413873405
Dentro dos grupos	4,67242E-15	18	2,59579E-16			
Total	4,74912E-15	19				

Base de cálculo:

$$s_{\text{entre}}^2 = (MQ_{\text{entre}} - MQ_{\text{dentro}}) / n$$

1,83E-17

$s_R = \text{raiz}(s_{\text{entre}}^2)$

4,28E-09 mol L⁻¹

$R = (s_R / \text{média}) \times 100$

4 %

$$s_r^2 = MQ_{\text{dentro}}$$

2,59579E-16

$s_r = \text{raiz}(s_r^2)$

1,61E-08 mol L⁻¹

$r = (s_r / \text{média}) \times 100$

15 %

Anexo IV – Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da reprodutibilidade e repetitividade do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

Querosene		Troca de analista		Troca de ME	
N° de replicatas	Analista 1	Analista 2	N° de replicatas	Mesma ME	Troca ME
1	1,81E-08	1,95E-08	1	5,13E-08	5,06E-08
2	1,52E-08	1,67E-08	2	5,03E-08	6,92E-08
3	1,87E-08	1,82E-08	3	5,06E-08	6,29E-08
4	1,78E-08	1,65E-08	4	5,18E-08	5,65E-08
5	1,72E-08	1,59E-08	5	5,10E-08	5,22E-08
6	1,57E-08	1,45E-08	6	4,99E-08	7,29E-08
7	1,25E-08	1,14E-08	7	5,01E-08	6,49E-08
8	1,55E-08	1,49E-08	8	5,14E-08	5,03E-08
9	1,80E-08	1,71E-08	9	5,07E-08	7,80E-08
10	1,76E-08	1,71E-08	10	4,96E-08	6,03E-08
Media	1,66E-08	1,62E-08	Media	5,07E-08	6,18E-08
desvpad	1,90E-09	2,22E-09	desvpad	7,06E-10	9,61E-09
DPR	11	14		1	16

Análise com troca de ME

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	5,06668E-07	5,06668E-08	4,98389E-19
Coluna 2	10	6,17843E-07	6,17843E-08	9,23717E-17

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	6,17998E-16	1	6,17998E-16	13,30886331	0,001839269	4,413873405
Dentro dos grupos	8,35831E-16	18	4,6435E-17			
Total	1,45383E-15	19				

$$s_{\text{entre}}^2 = (MQ_{\text{entre}} - MQ_{\text{dentro}}) / n \quad 5,71563E-17$$

$$s_R = \text{raiz}(s_{\text{entre}}^2) \quad 7,56E-09 \text{ mol L}^{-1}$$

$$R = (s_R / \text{média}) \times 100 \quad 12 \%$$

Análise com troca de analista

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	1,66205E-07	1,66205E-08	3,61689E-18
Coluna 2	10	1,61822E-07	1,61822E-08	4,91944E-18

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	9,60504E-19	1	9,60504E-19	0,225038961	0,640931084	4,413873405
Dentro dos grupos	7,6827E-17	18	4,26817E-18			
Total	7,77875E-17	19				

Base de cálculo:

$$s_{\text{entre}}^2 = (MQ_{\text{entre}} - MQ_{\text{dentro}}) / n \quad 3,31E-19$$

$$s_R = \text{raiz}(s_{\text{entre}}^2) \quad 5,75E-10 \text{ mol L}^{-1}$$

$$R = (s_R / \text{média}) \times 100 \quad 4 \%$$

$$s_r^2 = MQ_{\text{dentro}} \quad 4,26817E-18$$

$$s_r = \text{raiz}(s_r^2) \quad 2,07E-09 \text{ mol L}^{-1}$$

$$r = (s_r / \text{média}) \times 100 \quad 13 \%$$

Anexo V - Certificado do CRM (SRM – 1085a – Wear-metals in oil).

Catalyst Package for Lubricant Oxidation (liquid form)

These reference materials are for evaluating the oxidation stability of lubricating oils, i.e., automotive crankcase lubricants. SRM 1817c consists of a set of five (5) ampules of each of three (3) materials. The fuel fraction and the metal mixture are sealed under inert atmosphere. RM 8501 consists of a set of five (5) ampules of each of four (4) materials. The fuel fraction, model compound, and metal mixture are sealed under inert atmosphere.

SRM	Type	Consisting of
1817c	Catalyst Package	1) an Oxidized/Nitrated Fuel Fraction, 2) a Metal Naphthenate Mixture, and 3) Distilled Water
RM 8501	Catalyst Package IIIIE	1) an Oxidized/Nitrated Fuel Fraction, 2) a Nitro-Paraffin Model Compound, 3) a Metal Naphthenate Mixture, and 4) Distilled Water

Wear-Metals in Oil (liquid form)

SRM	Type	Elemental Composition (in mg/kg)							
		Al	Cr	Cu	Fe	Pb	Mg	Mn	Mo
1083	Wear-Metals (base oil)	(<0.5)	(<0.02)	(<0.5)	(<1)	(<0.04)	(<0.1)	(<0.005)	(<0.01)
1084a	Wear-Metals	(104)	98.3	100.0	98.9	101.1	99.5		100.3
1085a	Wear-Metals	(289)	296.3	295.1	296.8	297.4	296.0		302.9

SRM	Ni	Si	Ag	Na	Sn	S	Ti	V	Zn
1083	(<0.4)	(<1)	(<0.05)	(<0.06)	(<0.4)	(<1)	(<5)	(<0.3)	(<0.08)
1084a	99.7	(103)	101.4		97.2	(1700)	100.4	95.9	
1085a	302.9	(322)	305.7		296.0	(4500)	305.1	292.4	

Values in parentheses are not certified and are given for information only.

Catalyst Characterization Materials (liquid and powder forms)

These Reference Materials (RMs) are for determining the activity of FCC Catalysts by Microactivity Test. They are distributed by NIST in cooperation with the American Society for Testing and Materials (ASTM).

RM	Type	Unit Size
8589	Fluid Cracking Catalysts (FCC)	Set of 6, 50 g each
8590	High Sulfur Gas Oil Feed	946 mL

	Laboratório de Caracterização de Fluidos	LCF DEMUS RIO	Tel: (21) 3121-1175 Fax: (21) 3527-1165 e-mail: lcf@demus-pet.br http://www.dem.usp.br ftp://ftp.dem.usp.br/capacitantes/lcf.html			
	Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea Rio de Janeiro, RJ 22451-900					
	CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº MVO-002/07					
	DADOS DO CLIENTE					
Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio						
Endereço: Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea						
Rio de Janeiro, RJ 22451-900						
Nº O.S.: 001/07						
Objeto: micropipeta						
Tipo do objeto: deslocamento de ar						
Fabricante: Hirschmann						
Nº identificação: 4061797						
Código Cliente: -						
Temp. de referência: 20°C						
Capacidade nominal: 1000 µL						
Valor uma divisão: 5 µL						
Fabricante das pontas: não informado						
Modo da pipetagem: normal						
DADOS DA CALIBRAÇÃO						
Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006 revisão 03, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água.						
CONDICIONAMENTO DO INSTRUMENTO:						
Dados Analisados:	Temp.	20±0,2	Umidade	60%	Pressão	764 mmHg
Ronômetro:	nº ident.	FS23	nº cert.	VOL 2/2/08	LCF/DENUS/COB-6	
Termômetros:	nº ident.	TDS210018 16 - Senso 02	nº cert.	SI-277 4/05	FM	
Balança 1:	nº ident.	N12220S62	nº cert.	OMC 06/01/2005	BIA-METRO	
Balança 2:	nº ident.	OVS41 10000 117	nº cert.	OMC 06/01/2006	BIA-METRO	
Hidrômetro:	nº ident.	21135	nº cert.	LTY 1/3/2006	VSCONCS	
Ronômetro:	nº ident.	5221	nº cert.	OMC 01/02/2006	BIA-METRO	
RESULTADOS OBTIDOS						
	volume nominal (µL)	volumen a 20°C (µL)	U (µL)	k		
	100	101,7	0,2	2,32		
	500	504	1	2,32		
	1000	1006	1	2,32		
Aproximação à incerteza expandida, a um intervalo abrange 95%.						
Data da calibração: 16/01/07						
Data da emissão: 16/01/07						
 Assinatura Autorizadora: Paulo Roberto de Souza Mendes Gerente Técnico						
Obs: = Original e/ ou cópia. = Este certificado atende aos requisitos de acreditação do Conite/nmetro, que avalia a competência de medição de laboratório comprovada sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. = Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo aplicáveis a qualquer outro. = Não é permitida sua reprodução parcial. = A Incerteza expandida relatada corresponde a um nível de confiança de aproximadamente 95%.						

Finanz 143

Anexo VII - Certificado da calibração da vidraria – Micropipeta 20-200 μ L).

Laboratório de Caracterização de Fluidos LCF
Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22451-900
Tel: (21) 3527-1100
Fax: (21) 3527-1100
e-mail: lcf@lcf.puc-rio.br
http://www.lcf.puc-rio.br/portal/portal.php?paginas=1000000

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO nº MVO-062/07

DADOS DO CLIENTE
Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio
Endereço: Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22451-900
Nº O.S.: 001/07

DADOS DO OBJETO
Objeto: micropipeta
Tipo do objeto: deslocamento de ar
Fabricante: Hirschmann
Nº identificação: H564533
Código Cliente: -
Temp. de referência: 20°C
Capacidade nominal: 200 μ L
Valor uma divisão: 1 μ L
Fabricante das ponteiros: não informado
Modo de pipetagem: normal

DADOS DA CALIBRAÇÃO
Método: Segundo o Procedimento Interno/06-004 revisado 08, baseado na norma ISO-8655, que consiste em determinar o peso do volume de água desentido contido na transferência.

Dados Fundamentais	Temp.	19.1°C	Unidade	ERM	Procedimento	20°C
Pipetagem	1° classe	1500	1° classe	VIS-015/06	LCF-006/000-004	200
Termômetro	1° classe	TS210031816 - Sensor 02	1° classe	TS-2104/05	ERM	200
Balança 1	1° classe	1122000502	1° classe	0040-0610/2006	ERMETRO	200
Balança 2	1° classe	00541112000117	1° classe	0040-0610/2006	ERMETRO	200
Higrômetro	1° classe	218102	1° classe	11811100/06	VIS0002	200
Barômetro	1° classe	0201	1° classe	0040-0610/2006	ERMETRO	200

RESULTADOS OBTIDOS

Volume nominal (μ L)	Volume a 20°C (μ L)	U (μ L)	%
20	22.7	0.1	2.32
100	102.8	0.2	2.32
200	204.4	0.8	2.32

Observação: a incerteza expandida, a $k=2$ fator de abrangência.

Data de calibração: 16/01/07
Data de emissão: 16/01/07

Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes
Gerente Técnico

NOTA: O cliente ou o usuário deve manter este certificado em seu arquivo de controle de qualidade, com todos os dados de calibração, para fins de controle de qualidade e rastreabilidade. Este certificado não substitui a calibração em si, mas apenas a confirmação da mesma. A calibração deve ser realizada sempre e em intervalos de tempo especificados.

Página 1 de 1

Anexo VIII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da curva analítica do Pb(II) em ME de querosene usando BiFE.

	A	B	C	D	E	F	G
		x	y				
	n	(Conc., mol L ⁻¹)	sinal (uC)	Intensidade de sinal calculada (uC)	Desvio	(Desvios) ²	(Conc., mol L ⁻¹) ²
1	1	0,00	0,2250	0,21	1,50E-02	2,25E-04	0,00E+00
2	2	0,00	0,2224	0,21	1,24E-02	1,54E-04	0,00E+00
3	3	0,00	0,2298	0,21	1,98E-02	3,92E-04	0,00E+00
4	4	0,00	0,2203	0,21	1,03E-02	1,06E-04	0,00E+00
5	5	1,09E-07	0,6674	0,59	7,90E-02	6,25E-03	1,18E-14
6	6	1,09E-07	0,5585	0,59	2,99E-02	8,92E-04	1,18E-14
7	7	1,09E-07	0,5608	0,59	2,76E-02	7,60E-04	1,18E-14
8	8	1,09E-07	0,5859	0,59	2,47E-03	6,11E-06	1,18E-14
9	9	1,28E-07	0,6370	0,66	1,93E-02	3,72E-04	1,65E-14
10	10	1,28E-07	0,6900	0,66	3,37E-02	1,14E-03	1,65E-14
11	11	1,28E-07	0,7334	0,66	7,71E-02	5,95E-03	1,65E-14
12	12	1,28E-07	0,6472	0,66	9,08E-03	8,25E-05	1,65E-14
13	13	1,48E-07	0,7096	0,72	1,43E-02	2,05E-04	2,18E-14
14	14	1,48E-07	0,7995	0,72	7,56E-02	5,71E-03	2,18E-14
15	15	1,48E-07	0,7813	0,72	5,74E-02	3,29E-03	2,18E-14
16	16	1,48E-07	0,7164	0,72	7,53E-03	5,67E-05	2,18E-14
17	Soma	1,54E-06				0,03	2,01E-13
18						n=	16
19	Cálculos:						
20							
21	Interc.	0,21	a (coef. linear)			Curva analítica de 24/10/2007 y = 3477581,22x + 0,21 R ² = 0,99	
22	Inclinação	3477581,22	b (coef. angular)				
23							
24	(Soma desvios) ²	0,03					
25	s ²	1,83E-03					
26	Soma C ²	2,01E-13					
27	SomaC	1,54E-06					
28	(SomaC) ²	2,37E-12					
29	D	8,39E-13					
30							
31	Incertezas da curva						
32	s ^z (a)	4,37E-04	u _a	s(a)	0,02		
33	s ^z (b)	3,49E+10	u _b	s(b)	186699,32		
34							
35	Razão entre a e b						
36	ra,b	-0,86					
	Intensidade de						
37	sinal (%)	85,9					
38							
39	Coefficientes de sensibilidade						
40	ci _a	-2,88E-07					
41	ci _b	-4,87E-14					
42							
43	Incerteza combinada						
44	U _{curva}	4,99E-09	na cela				
45		4,99E-08	no querosene				

Anexo IX - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação da curva analítica do Pb(II) em ME de querosene usando HMDE.

	A	B	C	D	E	F	G
	n	(Conc., mol L ⁻¹)	sinal (uC)	Intensidade de sinal	Desvio	(Desvios) ²	(Conc., mol L ⁻¹) ²
1	1	0	0,0125	0,02	7,50E-03	5,63E-05	0,00E+00
2	2	0	0,0145	0,02	5,50E-03	3,03E-05	0,00E+00
3	3	0	0,0123	0,02	7,70E-03	5,93E-05	0,00E+00
4	4	0	0,0111	0,02	8,90E-03	7,92E-05	0,00E+00
5	5	1,98600E-08	0,2875	0,19	9,53E-02	9,08E-03	3,94E-16
6	6	1,98600E-08	0,2385	0,19	4,63E-02	2,14E-03	3,94E-16
7	7	1,98600E-08	0,2966	0,19	1,04E-01	1,09E-02	3,94E-16
8	8	1,98600E-08	0,2747	0,19	8,25E-02	6,81E-03	3,94E-16
9	9	3,96432E-08	0,3744	0,36	1,07E-02	1,14E-04	1,57E-15
10	10	3,96432E-08	0,3575	0,36	6,21E-03	3,85E-05	1,57E-15
11	11	3,96432E-08	0,3618	0,36	1,91E-03	3,64E-06	1,57E-15
12	12	3,96432E-08	0,3653	0,36	1,59E-03	2,54E-06	1,57E-15
13	13	5,93472E-08	0,5290	0,53	5,54E-03	3,07E-05	3,52E-15
14	14	5,93472E-08	0,5725	0,53	3,80E-02	1,44E-03	3,52E-15
15	15	5,93472E-08	0,5202	0,53	1,43E-02	2,06E-04	3,52E-15
16	16	5,93472E-08	0,5459	0,53	1,14E-02	1,29E-04	3,52E-15
17	Soma	4,75E-07				0,03	2,20E-14
18						n=	16
19	Cálculos:						
20							
21	Interc.	0,02	a (coef. linear)			Curva analítica de 25/10/2007	
22	Inclinação	8670000	b (coef. angular)			y = 8670000,00x + 0,02	
23						R ² = 0,99	
24	Soma desvios^2	0,03					
25	s ²	2,22E-03					
26	Soma C^2	2,20E-14					
27	SomaC	4,75E-07					
28	(SomaC)^2	2,26E-13					
29	D	1,25E-13					
30							
31	Incertezas da curva						
32	s ² (a)	3,90E-04	u _a	s(a)	0,02		
33	s ² (b)	2,84E+11	u _b	s(b)	533009,65		
34							
35	Razão entre a e b						
36	ra,b	-0,80					
37	Intensidade de sinal (%)	80,2					
38							
39	Coeficientes de sensibilidade						
40	ci _a	-1,15E-07					
41	ci _b	-7,35E-15					
42							
43	Incerteza combinada						
44	U _{curva}	2,49E-09	na cela				
45		2,49E-08	no querosene				

Anexo X – Tutorial da Curva analítica.

	A	B	C	D	E	F	G
		x	y				
	n	(Conc., mol L ⁻¹)	sinal (uC)	Intensidade de sinal calculada (uC)	Desvio	(Desvios) ²	(Conc., mol L ⁻¹) ²
1	1	0,00	0,2250	B1xB22+B21	D1-C1	(E1) ²	(B1) ²
2	2	0,00	0,2224	B2xB22+B21	D2-C2	(E2) ²	(B2) ²
3	3	0,00	0,2298	B3xB22+B21	D3-C3	(E3) ²	(B3) ²
4	4	0,00	0,2203	B4xB22+B21	D4-C4	(E4) ²	(B4) ²
5	5	1,09E-07	0,6674	B5xB22+B21	D5-C5	(E5) ²	(B5) ²
6	6	1,09E-07	0,5585	B6xB22+B21	D6-C6	(E6) ²	(B6) ²
7	7	1,09E-07	0,5608	B7xB22+B21	D7-C7	(E7) ²	(B7) ²
8	8	1,09E-07	0,5859	B8xB22+B21	D8-C8	(E8) ²	(B8) ²
9	9	1,28E-07	0,6370	B9xB22+B21	D9-C9	(E9) ²	(B9) ²
10	10	1,28E-07	0,6900	B10xB22+B21	D10-C10	(E10) ²	(B10) ²
11	11	1,28E-07	0,7334	B11xB22+B21	D11-C11	(E11) ²	(B11) ²
12	12	1,28E-07	0,6472	B12xB22+B21	D12-C12	(E12) ²	(B12) ²
13	13	1,48E-07	0,7096	B13xB22+B21	D13-C13	(E13) ²	(B13) ²
14	14	1,48E-07	0,7995	B14xB22+B21	D14-C14	(E14) ²	(B14) ²
15	15	1,48E-07	0,7813	B15xB22+B21	D15-C15	(E15) ²	(B15) ²
16	16	1,48E-07	0,7164	B16xB22+B21	D16-C16	(E16) ²	(B16) ²
17	Soma	Soma (B1:B16)				Soma (F1:F16)	Soma (G1:G16)
18						n=	A16
19	Cálculos:						
20							
21	Interc.	0,21	a (coef. linear)			Curva analítica de 24/10/2007 y = 3477581,22x + 0,21 R ² = 0,99	
22	Inclinação	3477581,22	b (coef. angular)				
23							
24	(Soma desvios) ²	F17					
25	s ²	G18/(C24-2)					
26	Soma C ²	G17					
27	Soma C	B17					
28	(SomaC) ²	(B27) ²					
29	D	G18xB26-B28					
30							
31	Incertezas da curva						
32	s ² (a)	(B25xB26)/B29	u _a		s(a) raiz(B32)		
33	s ² (b)	(G18xB25)/B29	u _b		s(b) raiz(B33)		
34							
35	Razão entre a e b						
36	ra,b	-B27/RAIZ(G18xB26)					
	Intensidade de						
37	sinal (%)	B36x100					
38							
39	Coeficientes de sensibilidade						
40	ci _a	-1/B22			y _{maior}		
41	ci _b	-(E44-B21)/(B22) ²			(Intensidade de sinal)		
42							
43	Incerteza combinada						
44	U _{curva}	Raiz(((B40) ² x B32)+((B41) ² x B33)+(2xB40xB41xE32xE33xB36))					na cela
45		B44x10	no querosene				

XI - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de analista e ME usando BiFE.

A	B	C	D	E	F	G	H
Medição de [Pb] mol L ⁻¹							
Troca de analista + ME							
			Unidades				
Mensurando							
1 Volt (conc. Pb)	207,19		mol L ⁻¹				
2							
3 Grandezas de entrada							
4 Mol (1 mol = 207,19 g - 1L)	207,19		g mol ⁻¹				
5 Volume	1		L				
6							
7 Fontes de entrada							
8 Repetitividade (ur)							
9 Repetição	desvio padrão	1,61E-08	mol L ⁻¹	n	10	troca ME e analista	
10 Reprodutibilidade (uR)							
11 ME +analista	desvio entre anal.	4,28E-09	mol L ⁻¹	n	10		
12 Soluções (us)							
13							
14 Micropipeta 100-1000 uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
15 Micropipeta 20 - 200uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-07	L	k	2,32	p	95%
16							
17							
18 Curva analítica							
19 ucurva	Ucurva	4,99E-08	mol L ⁻¹				
20							
21 Incerezas das Grandezas de entrada							
22							
23 ur	1,61E-08		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
24 uR	4,28E-09		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
25 U _{MP1}	4,31E-07		L				
26 U _{MP2}	4,31E-08		L				
27 U _{sol} (U _{MP1} +U _{MP2})	4,33E-07		L		8,98E-05		
28						Dist. Normal	
29 Coefficientes de sensibilidade							
30 ci _b	1		L				
31 ci _a	207,19		g mol ⁻¹				
32							
33 Componentes de Incerezas							
34 U _r	1,61E-08		mol L ⁻¹				
35 U _R	4,28E-09		mol L ⁻¹				
36 U _{MP1} +U _{MP2}	4,33E-07		mol L ⁻¹				
37 U _{curva}	4,99E-08		mol L ⁻¹				
38							
39 Incerteza Combinada							
40 U _{combinada}	4,36E-07		mol L ⁻¹				
41							
42 Graus de Liberdade							
43 v	4843095						
44							
45 Coefficiente de abrangência (t-student)							
46 k	1,96						
47							
48 Incerteza Expandida							
49 U _{expandida} = U _(k=2,01;95%)	8,73E-07		mol L ⁻¹				

Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.

Repe	1,61E-08
Repro	4,28E-09
Soluções críticas	4,33E-07
Curva analítica	4,99E-08
U _{combinada}	4,36E-07

Memória

3,63E-26 7,49E-33

5% de significância

XII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de analista e ME usando HMDE.

ISO GUM

A	B	C	D	E	F	G	H
Medição de [Pb] mol L ⁻¹ Troca de analista + ME							
			Unidades				
Mensurando							
1 Volt (conc. Pb)	207,19		mol L ⁻¹				
2							
3 Grandezas de entrada							
4 Mol (1 mol = 207,19 g · 1L)	207,19		g mol ⁻¹				
5 Volume	1		L				
6							
7 Fontes de entrada							
8 Repetitividade (ur)							
9 Repetição	desvio padrão	2,07E-09	mol L ⁻¹	n	10	troca ME e analista	
10 Reprodutibilidade (uR)							
11 ME + analista	desvio entre anal.	5,75E-10	mol L ⁻¹	n	10		
12 Soluções (us)							
13							
14 Micropipeta 100-1000 uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
15 Micropipeta 20 - 200uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
16							
17							
18 Curva analítica							
19 ucurva	Ucurva	2,49E-09	mol L ⁻¹				
20							
21 Incertezas das Grandezas de entrada							
22							
23 ur	2,07E-09		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
24 uR	5,75E-10		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
25 U _{MP1}	4,31E-07		L				
26 U _{MP2}	4,31E-08		L				
27 U _{so} (U _{MP1} +U _{MP2})	4,33E-07		L		8,98E-05		
28						Dist. Normal	
29 Coefficientes de sensibilidade							
30 c _b	1		L				
31 c _a	207,19		g mol ⁻¹				
32							
33 Componentes de Incertezas							
34 U _i	2,07E-09		mol L ⁻¹			Repe	2,07E-09
35 U _R	5,75E-10		mol L ⁻¹			Repro	5,75E-10
36 U _{MP1} +U _{MP2}	4,33E-07		mol L ⁻¹			Soluções críticas	4,33E-07
37 U _{curva}	2,49E-09		mol L ⁻¹			Curva analítica	2,49E-09
38						U _{combinada}	4,33E-07
39 Incerteza Combinada							
40 U _{combinada}	4,33E-07		mol L ⁻¹				
41							
42 Graus de Liberdade						Memória	
43 v	17435726525					3,53E-26	2,02E-36
44							
45 Coefficiente de abrangência (t-student)							
46 k	#NÚM!						
47							
48 Incerteza Expandida						5% de significância	
49 U _{expandida} = U _(k=2,01 95%)	8,67E-07		mol L ⁻¹				

XIII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de ME usando BiFE.

A	B	C	D	E	F	G
Medição de [Pb] mol L ⁻¹						
Troca de ME						
			Unidades			
Mensurando						
1	Volt (conc. Pb)	207,19	mol L ⁻¹			
2						
Grandezas de entrada						
4	Mol (1 mol =207,19 g - 1L)	207,19	g mol ⁻¹			
5	Volume	1	L			
6						
Fontes de entrada						
Repetitividade (u _r)						
9	Repetição	S _r (anexoIII)	1,61E-08	mol L ⁻¹	n	10 mesma ME
Reprodutibilidade (u _R)						
11	ME	S _R (anexoIII)	4,28E-09	mol L ⁻¹	n	10
Soluções (u _s)						
13						
14	Micropipeta 100-1000 uL (certificado)	MP ₁ U _{95, k=2} (anexo VI)	1,00E-06	L	k	2,32 p 95%
15	Micropipeta 20 - 200uL (certificado)	MP ₂ U _{95, k=2} (anexo VII)	1,00E-07	L	k	2,32 p 95%
16						
17						
Curva analítica						
19	U _{curva}	U _{curva} (anexo xx)	4,99E-08	mol L ⁻¹		
20						
Incertezas das Grandezas de entrada						
22						
23	U _r	1,61E-08	mol L ⁻¹	Dist. Normal		
24	U _R	4,28E-09	mol L ⁻¹	Dist. Normal		
25	U _{MP1}	4,31E-07	L			
26	U _{MP2}	4,31E-08	L			
27	U _{MP1+MP2}	4,33E-07	L	8,98E-05	Dist. Normal	
28						
Coeficientes de sensibilidade						
30	Ci _b	1	L			
31	Ci _a	207,19	g mol ⁻¹			
32						
Componentes de Incertezas						
34	U _r	1,61E-08	mol L ⁻¹	Repe 1,61E-08		
35	U _R	4,28E-09	mol L ⁻¹	Repro 4,28E-09		
36	U _{MP1+MP2}	4,33E-07	mol L ⁻¹	Soluções críticas 4,33E-07		
37	U _{curva}	4,99E-08	mol L ⁻¹	Curva analítica 4,99E-08		
38						
Incerteza Combinada						
40	U _{combinada}	4,36E-07	mol L ⁻¹	U _{combinada} 4,36E-07		
41						
Graus de Liberdade						
43	v	4843095	Memória			
44	3,63E-26 7,49E-33					
Coeficiente de abrangência (t-student)						
46	k	1,96	5% de significância			
47						
Incerteza Expandida						
49	U _{expandida} = U _(k=2,01;95%)	8,73E-07	mol L ⁻¹			

Gráfico de barras -
contribuição das incertezas U

Repe	1,61E-08
Repro	4,28E-09
Soluções críticas	4,33E-07
Curva analítica	4,99E-08
U _{combinada}	4,36E-07

Memória

3,63E-26	7,49E-33
----------	----------

5% de significância

XIII - Planilha com memória de cálculo do tratamento estatístico (Microsoft excel) para a avaliação das incertezas do Pb(II) em ME de querosene com troca de ME usando HMDE.

ISO GUM

A	B	C	D	E	F	G	H
Medição de [Pb] mol L ⁻¹							
Troca de analista + ME							
			Unidades				
Mensurando							
Volt (conc. Pb)	207,19		mol L ⁻¹				
Grandezas de entrada							
Mol (1 mol = 207,19 g - 1L)	207,19		g mol ⁻¹				
Volume	1		L				
Fontes de entrada							
Repetitividade (ur)							
Repetição	desvio padrão	2,07E-09	mol L ⁻¹	n	10	troca ME e analista	
Reprodutibilidade (uR)							
ME + analista	desvio entre anal.	5,75E-10	mol L ⁻¹	n	10		
Soluções (us)							
Micropipeta 100-1000 uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
Micropipeta 20 - 200uL (cert.)	Inc. expandida	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
Curva analítica							
ucurva	Ucurva	2,49E-09	mol L ⁻¹				
Incertezas das Grandezas de entrada							
ur	2,07E-09		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
uR	5,75E-10		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
U _{MP1}	4,31E-07		L				
U _{MP2}	4,31E-08		L				
U _{ss} (U _{MP1} +U _{MP2})	4,33E-07		L	8,98E-05			
						Dist. Normal	
Coefficientes de sensibilidade							
c _{ib}	1		L				
c _{ia}	207,19		g mol ⁻¹				
Componentes de Incertezas							
U _i	2,07E-09		mol L ⁻¹			Repe	2,07E-09
U _R	5,75E-10		mol L ⁻¹			Repro	5,75E-10
U _{MP1} +U _{MP2}	4,33E-07		mol L ⁻¹			Soluções críticas	4,33E-07
U _{curva}	2,49E-09		mol L ⁻¹			Curva analítica	2,49E-09
						U _{combinada}	4,33E-07
Incerteza Combinada							
U _{combinada}	4,33E-07		mol L ⁻¹				
Graus de Liberdade							
v	17435726525					Memória	
						3,53E-26	2,02E-36
Coefficiente de abrangência (t-student)							
k	1,96						
Incerteza Expandida						5% de significância	

Anexo IX – Modelo tutorial do cálculo.

ISO GUM

	A	B	C	D	E	F	G	H
	Medição de [Pb] mol L⁻¹							
	Troca de ME							
				Unidades				
	Mensurando							
1	Volt (conc. Pb)	B4/B5		mol L ⁻¹				
2								
3	Grandezas de entrada							
4	Mol (1 mol = 207,19 g - 1L)		207,19	g mol ⁻¹				
5	Volume		1	L				
6								
7	Fontes de entrada							
8	Repetitividade (u_r)							
9	Repetição	S _r (anexo III)	1,61E-08	mol L ⁻¹	n	10		
10	Reprodutibilidade (u_R)							
11	ME	S _R (anexo III)	4,28E-09	mol L ⁻¹	n	10		
12	Soluções (u_{sol})							
13								
14	Micropipeta 100-1000 uL (certificado)	MP ₁ U _{95, k=2} (anexo VI)	1,00E-06	L	k	2,32	p	95%
15	Micropipeta 20 - 200uL (certificado)	MP ₂ U _{95, k=2} (anexo VII)	1,00E-07	L	k	2,32	p	95%
16								
17								
18	Curva analítica							
19	U _{curva}	U _{curva} (anexo VIII)	4,99E-08	mol L ⁻¹				
20								
21	Incertezas das Grandezas de entrada							
22								
23	U _r	C9		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
24	U _R	C11		mol L ⁻¹			Dist. Normal	
25	U _{MP1}	C14/F14		L				
26	U _{MP2}	C15/F15		L				
27	U _{MP1+MP2}	Raiz((B25) ² +(B26) ²)		L	B27xB31		Dist. Normal	
28								
29	Coefficientes de sensibilidade							
30	c _{ib}	B5		L				
31	c _{ia}	B4		g mol ⁻¹				
32								
33	Componentes de Incertezas							
34	U _r	B23		mol L ⁻¹				
35	U _R	B24		mol L ⁻¹				
36	U _{MP1+MP2}	E27/B31		mol L ⁻¹				
37	U _{curva}	C19		mol L ⁻¹				
38								
39	Incerteza Combinada							
40	U _{combinada}	Raiz((B34) ² +(B35) ² +(B36) ² +(B37) ²)		mol L ⁻¹				
41								
42	Graus de Liberdade							
43	v	INT(F43/G43)	*				Memória	
44							(B47) ⁴	((B30xB23) ⁴ /(F9-1))
45	Coefficiente de abrangência (t-student)							
46	k	INVT(0,05;B43)	**				5% de significância	
47								
48	Incerteza Expandida							
49	U _{expandida} = U _(k=2;95%)	B40xB46		mol L ⁻¹				

Legenda:

* INT - arredonda um n° para baixo até o n° inteiro mais próximo

** INVT - retorno o inverso da distribuição t de Student (probabilidade; graus de liberdade)