

8 Referências

- 1 OKUNO, I.; LATHAM, D. R.; HAINES, W. E. ***Anal. Chem.*** v. 37,n. 1, p. 54 - 57, 1965.
- 2 BATTS, B. D.; FATHONI, A. Z. ***Energ. Fuel***, v. 5, n. 1, p. 2 -21, 1991
- 3 BHAN, O. K.; BRINKMAN, D. W; GREEN, J. B.; CARLEY, B. ***Fuels***, v. 66, n. 9, p. 1200 -1214, 1987
- 4 FRANKENFELD, J.W.; TAYLOR, W. F.; BRINKMAN, D.W. ***Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev***, v. 22, n. 4, p. 615 – 621, 1983.
- 5 COONEY, J. V.; BEAL, E. J.; HAZLETT, R. N. ***Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev***, v. 24, n. 2, p. 294, 1985.
- 6 BEAVER, B. D; COONEY, J. V.; WATKINS, J. M. ***J. Heter. Chem.***, v. 23, n. 4, p. 1095, 1986.
- 7 DAHLIN, K. E.; DANIEL, S. R.; WORSTELL, J. H. ***Fuel***, v. 60, p. 477, 1981.
- 8 SILVA, R. M. C. F.; GOMES, H. O.; ROCHA, M. I.; DIAS, F. ***Estudo do efeito do HDT e da composição do óleo diesel na estabilidade, V Seminário de Óleo Diesel da PETROBRAS, 2002.***
- 9 OFFENHAUER, R. D., BRENNAN, J. A., MILLER, R. C. ***Ind. Eng. Chem***, v. 49, p. 1265, 1957.
- 10 PEDLEY, J. F., HILEY, R. W., HANCOCK, R. A. ***Fuel***, v. 66, p. 1646, 1987.
- 11 PEDLEY, J. F., HILEY, R. W., HANCOCK, R. A. ***Fuel***, v. 67, n. 8, p. 1124, 1988.
- 12 MOORE, R. T.; MCCUTCHAN, P.; YOUNG, D. A. ***Anal. Chem.***, v. 23, n. 11, p. 1639-1641, 1951.
- 13 SNYDER, L. R.; BUELL, B. E. ***Anal. Chem.***, v. 34, n. 6, p. 689-691, 1962.
- 14 OLIVEIRA, E. C.; DE CAMPOS, M. C. V.; LOPES, A. S.; VALE, M. G. R.; et. all.. ***J. Chromatogr. A***, v. 1027, n. 1-2, p. 171, 2004.
- 15 DORBON, M.; BERNASCONI, C. ***Fuel***, v. 68, p. 1067 , 1989.
- 16 LAREDO, G. C.; LEYVA, S.; ALVAREZ, R.; MARES, M. T.; CASTILLO, J.; CANO, J. L. ***Fuel***, v. 81, p. 1341, 2002.
- 17 CHAWLA, B. ***J. Chromatogr. Sci.***, v. 35, n. 3, p. 97, 1997.

- 18 OKUMURA, L. L.; STRADIOTTO, N. R. **Talanta**, v. 72, p. 1106 – 1113, 2007.
- 19 VO-DINH, T. **Room Temperature Phosphorimetry for Chemical Analysis**, Chemical Analysis series Vol 68, Jonh Wiley & Sons, 1984.
- 20 ABBOTT, D. W.; VO-DINH, T. **Anal. Chem.** v. 57, p. 41, 1985.
- 21 SUE, F. F.; YEN, T. F. **Anal. Chem.** v. 54, p. 1642, 1982.
- 22 CITTA, L. A.; HURTUBISE, R. J. **Talanta**, v. 39, p. 1065, 1992.
- 23 PERRY, L. M.; CAMPIGLIA, A. D.; WINEFORDNER, J. D.. **Anal. Chem.** v. 61, p. 2328, 1989.
- 24 GIOIA, S. M. C.; CAMPIGLIA, A. D. **Anal. Chim. Acta**, v. 287, p. 8, 1994
- 25 HURTUBISE, R., **Phosphorimetry: Theory, instrumentation, and applications**. VCH Publishers: New York, 1990.
- 26 VO-DINH, T. **Room Temperature Phosphorimetry for Chemical Analysis**, Chemical Analysis series Vol 68, Jonh Wiley & Sons, 1984.
- 27 JABLONSKI, A. Z. **Physik**, v. 94, p. 38, 1935.
- 28 SKLAR, J. **J. Chem Phys**, v.5, p. 699, 1937.
- 29 LEWIS, G. N.; KASHA, M. J.. **J. Am. Chem. Soc.**, v. 66, p. 2100, 1944.
- 30 MCCLURE, D. **J. Chem. Phys**, v.17, p. 905, 1949.
- 31 EVANS, D. F. **Nature**, v.176, p. 777, 1955.
- 32 KIERS, R. J.; BRITT, R. D. ; WENTWORTH, W. E.. **Anal. Chem**, v. 29, p. 202, 1957.
- 33 FREED, S. e SALMRE, W.. **Sci.**, v. 128, p. 1341, 1958.
- 34 PARKER, C. A.; HATCHARD, C. G. **Analyst**, v. 87, p. 664, 1962.
- 35 WINEFORDNER, J. D.; LATZ, H. W. **Anal Chem**, v. 35, p. 1517, 1963.
- 36 HARRIS, D. C.; **Análise Química Quantitativa**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 5ª ed, 2001.
- 37 ROTH, M. **J. Chromatogr.**, v. 30, p. 219, 1967.
- 38 SCHULMAN, E. M.; WALLING, C. **Sci.**, v. 178, p. 53, 1972
- 39 SCHULMAN, E. M.; WALLING, C. **J. Phys.Chem.**, v. 77, p. 902, 1973.
- 40 ARRUDA A. F. E CAMPIGLIA A. D. **Analyst**, v.122, p. 559 – 562, 1997.
- 41 McALEESE, D. L. e DUNLAP, R. B. **Anal. Chem.**, v. 56, p. 600, 1984.
- 42 KASHA, M. **J. Chem. Phys**, v. 20, p. 71, 1952.

- 43 CAMPÍGLIA, A. D. e DE LIMA, G. C. *Ibid.*, v. 59, p. 2822, 1987.
- 44 CARDOSO, C. E. MARTINS., ***Utilização da fosforimetria na temperatura ambiente suportada em substrato sólido para a determinação seletiva de compostos policíclicos aromáticos nitrogenados e sulfurados em gasolina e em sedimento***, Dep. de Química, PUC-RJ, fev. 2007.
- 45 HURTUBISE, R. J. *Anal. Chim. Acta*, v. 351, p. 1, 1997.
- 47 MCGLYNN, S. P.; SUNSERI, R.; CHRISTODOULEAS, N. J. *J. Chem. Phys*, v. 37, p. 1818, 1962
- 48 GIACHINO, G.G.; KEARNS, D. R. *J. Chem. Phys*, v. 54, p. 3248, 1971.
- 49 WHITE, W. e SEYBOLD, P. G. *Anal. Chem.*, v. 47 (7), p. 1199, 1975.
- 50 CUNHA, A. L. M. C., ***Desenvolvimento e validação de método em substrato sólido de celulose para a determinação de pireno e criseno***, Dep. de Química, PUC-RJ, março 2007.
- 51 VO-DINH, T. LUE-YEN, E. e WINEFORDNER, J. D. *Talanta*, v. 24, p. 146, 1977.
- 52 WHITE, W. e SEYBOLD, P. G. *J. Phys. Chem.*, v. 81, p. 2035, 1977.
- 53 VO-DINH, T., YEN, E. L. e WINEFORDNER, J. D. *Anal. Chem*, v. 48 (8), p. 1186, 1976.
- 54 NAVA, I. S. ***Determinação seletiva de fluoroquinolonas por fosforimetria na temperatura ambiente suportada em substrato de celulose com nitrato de tório***. Dep. de química, PUC-RJ, fev. 2007.
- 55 ARRUDA, A. F., AUCÉLIO, R. Q. *Anal. Sci.*, v.18, p. 831, 2002
- 56 DE LIMA, C.G., ANDINO, M.M., WINEFORDNER, J.D. *Anal. Chem.*, v. 58 (3), p. 2869, 1986.
- 57 RODRIGUEZ, J. J. S., GARCIA J. H., FERRERA, Z. S. e LÁZARO, B. M. *Anal. Letters*, v.28, p. 2413, 1995.
- 58 ***Operating and Service Manual – Model 303A – Static Mercury Drop Electrode***. EG&G Princeton applied Research: Estados Unidos, p. II- 3, 1984.
- 59 STEPAN, R.; BAREK, J.; MEJSTRIK, V.; ZIMA. *J. Sensors*, v. 3, p. 44, 2003.
- 60 LUEYEN-BOWER, E. , WARD, J. L, WALDEN, G. e WINEFORDNER, J.D. *Talanta*, v. 27, p. 380-382, 1979
- 61 MEYERS, M. L., SEYBOLD, P.G. *Anal. Chem*, v. 51, p. 1609, 1979.
- 62 RODRIGUEZ, J. J. S., GARCIA, J. H., FERRERA, Z. S., LAZARO, A. J. B. M. *Anal. Let.*, 28, 13, 2413, 1995

- 63 **ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005.** Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de ensaio e Calibração.
- 64 INMETRO, DOQ – CGCRE – 008; **Orientações sobre validação de métodos de ensaios químicos**, Rev.02, junho. 2007
- 65 CITAC/EURACHEM, **Guide to Quality in Analytical Chemistry**, 2002
- 66 GONZÁLEZ, A. G., HERRADOR, M. Á. **Trends in Anal. Chem.**, 26, 3, 2007
- 67 THOMPSON, M. et al. **Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis**, IUPAC, Pure and Applied Chemistry, 74, 835, 2002.
- 68 BARROS, C. B. **Validação de métodos analíticos**, *Biológico*, 24, 2, 175, 2002.
- 69 THOMPSON, M.; ELLISON, S. L.R.; FAJGELY, A.; WILLETS, P.; et. al. **Pure Appl. Chem.** 71, 2, 337, 1999.
- 70 BURNS, D. T.; DANZER, K.; TOWNSHEND, A. **Pure Appl. Chem.**, 74, 11, 2001, 2002.
- 71 BRITO, N. M.; JUNIOR, O. P. A.; POLESE, L., et. al. **Avaliação da exatidão e da precisão de métodos de análise de resíduos de pesticidas mediante ensaios de recuperação**, *Pesticidas: R. Ecotoxicol. E Meio Ambiente*, 12, 155, 2002.
- 72 GARP, **Associação grupo de analistas de resíduos de pesticidas; Manual de resíduos de pesticidas em alimentos**, 1999.
- 73 CITAC/EURACHEM, **Guide to Quality in Analytical Chemistry**, 2002.
- 74 CITAC/EURACHEM, **Determinando a incerteza na medição analítica**; 1ª. ed. Brasileira, 2002.
- 75 AOAC International – **Peer verified method program – manual on policies and procedures**, 1998.
- 76 **Guia para a expressão da incerteza de medição** – 2ª edição brasileira – ABNT, INMETRO, SBM - Brasil, 1998.
- 77 FREITAS, S. M., **Metodologia estatística para validação de métodos analíticos aplicável à metrologia em química**, Dep. de Metrologia, PUC-RJ, 2003.
- 78 NORONHA, J. L. **Procedimento de cálculos de incerteza de medição em medições diretas e indiretas**. Dep. de Eng. de Prod., Escola Federal de engenharia de Itajubá - EFEI

Anexos

- I. Certificado da calibração da vidraria – balão volumétrico de 10 mL.
- II. Certificado da calibração da vidraria – micropipeta 100 - 1000 μ L.
- III. Certificado da calibração da vidraria – micropipeta de 10 μ L.
- IV. Certificado da calibração da balança analítica de 0,01 mg.
- V. Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2MI
- VI. Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7MI
- VII. Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI
- VIII. Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI
- IX. Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2MI após recalcu
- X. Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7MI após recalcu
- XI. Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI após recalcu
- XII. Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI após recalcu

Anexo I – Certificado da calibração da vidraria – balão volumétrico 10 mL

Laboratório de Caracterização de Fluidos LCF
Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22453-900
Tel: (21) 3527-1173
Fax: (21) 3527-1163
www.lcf@puc-rio.br
http://www.lcf.puc-rio.br/portal/paginas/index.html

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO n° VOL-005/07

DADOS DO CLIENTE
Nome: LEEA/Departamento de Química/PUC-Rio
Endereço: Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22451-900
N° O.S.: 001/07

Objeto: balão
Tipo do objeto: volumétrico
Fabricante: -
N° identificação: 5
Código Cliente: -
Temp. de referência: 20°C
Capacidade nominal: 10 mL
Valor da uma divisão: -

DADOS DA CALIBRAÇÃO
Método: segundo o Procedimento Interno PR-003 revisão 03, baseado na norma ABNT MB-3119, que consiste em determinar o peso do volume de água desionizada contido ou transferido.

Dados Ambientais:	Temp.	20.1°C	Umidade	50%	Pressão	762 mmHg
Piômetros:	n° ident.	F525	n° cert.	VOL-473/06	LCF/DEM/PUC-Rio	
Termômetros:	n° ident.	M150/P000271 - Sensor 01	n° cert.	11-011/006	ITA	
Balança 1:	n° ident.	O24111167001/7	n° cert.	DND 0674/2006	INMETRO	
Balança 2:	n° ident.	-	n° cert.	-	-	-
Higrômetros:	n° ident.	21815	n° cert.	LTR 1702/03	VISCUMES	
Barômetros:	n° ident.	6221	n° cert.	DND 0163/2005	INMETRO	

RESULTADOS OBTIDOS

volume nominal (mL)	volume a 20°C (mL)	U (mL)	k
10	10.002	0.003	2.18

U representa a incerteza expandida, a k o fator de abrangência.

Data da calibração: 09/01/07
Data da emissão: 18/01/07

Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes
Gerente Técnico

DIS: • Original e/ ou cópia. • Este certificado atende aos requisitos de acreditação do Organismo, que avalia a competência de medição do laboratório e assegura sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. • Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a qualquer outro. • Não é permitida sua reprodução parcial. • A incerteza expandida relatada, correspondendo a um nível de confiança de aproximadamente 95%.

Anexo II – Certificado da calibração da vidraria – micropipeta 100 – 1000 μL



Calibração
Nº 0108

**Laboratório de
Caracterização de Fluidos**

Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22451-900

LCF
DEMPUC-RIO

Tel: (21) 3527-1175
Fax: (21) 3527-1165
e-mail: lcf@maec.puc-rio.br
http://www.mec.puc-rio.br/prof/pmedeiros/pageweb/lcf.html

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO nº MVO-003/07

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.: 1001/07

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 ponteiros: não informado
Modo de pipetagem: normal



DADOS DA CALIBRAÇÃO

Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006 versão 03, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água deslocada com um ou transferido.

Dados Ambientais:	Temp.	20,2°C	Umidade	66%	Pressão	764 mmHg
Pirometro:	nº ident.	528	nº cert.	VOL 3-03/08	LCF/DUM/MS-148	
Termômetro:	nº ident.	TDS2001816 - Sensor 02	nº cert.	TT-0314/05	FM	
Balança 1:	nº ident.	1122203582	nº cert.	OMC10070/2006	NNETRO	
Balança 2:	nº ident.	0264118300117	nº cert.	OMC 0674/2006	NNETRO	
Higrômetro:	nº ident.	21015	nº cert.	LTE 1702/06	VISCOS	
Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	OMC 0163/2006	NNETRO	

RESULTADOS OBTIDOS

volume nominal (μL)	volume a 20°C (μL)	U (μL)	k
100	101.7	0.2	2.32
500	504	1	2.32
1000	1006	1	2.32

U representa a incerteza expandida, e k o fator de abrangência.

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


 Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes
 Gerente Técnico

OBS: * Original e/ou cópia. * Este certificado atende aos requisitos de acreditação do Cgcre-Inmetro, que avaliou a competência de medição do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida. * Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer itens. * Não é permitida sua reprodução parcial. * A incerteza expandida relatada corresponde a um nível de confiança de aproximadamente 95%.

Anexo III – Certificado da calibração da vidraria – micropipeta 10 μ L

Calibração
Nº 0521435/CA

Laboratório de Caracterização de Fluidos
Rua Marquês de São Vicente 225 - Gávea
Rio de Janeiro, RJ 22451-900

LCF
DEMPUC-RIO

Tel: (21) 3527-1173
Fax: (21) 3527-1165
e-mail: lcf@mc.puc-rio.br
http://www.mc.puc-rio.br/prof/pmandes/pagetransf.html

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO nº MVO-001/07

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: desocamento de ar
Fabricante: Wheaton
Nº identificação: 07031569
Código Cliente: -
Temp. de referência: 20°C
Capacidade nominal: 10 μ L
Valor uma divisão: 0.01 μ L
Fabricante das ponteiros: não informado
Modo de pipetagem: normal

DADOS DA CALIBRAÇÃO

Método: Segundo o Procedimento Interno PR-006 versão 03, baseado na norma ISO 8655, que consiste em determinar o peso do volume de água adicionado variando os transferidos.

Diagnóstico Ambiental	Temp.	19.8°C	Umidade	68%	Pressão	764 mmHg
Picnômetro:	nº ident.	8523	nº cert.	VEL 0/3/02	LCF/DEMPUC-RIO	IR4
Termômetro:	nº ident.	TDS20001816 - Sessar 02	nº cert.	TT-2114/05	INMETRO	INMETRO
Balança 1:	nº ident.	1122200582	nº cert.	DNQ 0678/2006	INMETRO	INMETRO
Balança 2:	nº ident.	D26411 18/00117	nº cert.	DNQ 0674/2006	INMETRO	INMETRO
Higrômetro:	nº ident.	21615	nº cert.	LTS 1710/05	INMETRO	INMETRO
Barômetro:	nº ident.	0221	nº cert.	DNQ 0161/2005	INMETRO	INMETRO

RESULTADOS OBTIDOS

volume nominal (μ L)	volume a 20°C (μ L)	U (μ L)	k
5	5.02	0.05	2.32

U representa a incerteza expandida a k o fator de abrangência.

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

Assinatura Autorizada: Paulo Roberto de Souza Mendes
Gerente Técnico

OBS: * Original e/ou cópia. * Este certificado atende aos requisitos de acreditação do Cgcre/Inmetro, que avalia a competência de medição do laboratório e conformidade sua metrologia a padrões nacionais de medida. * Estes resultados se referem exclusivamente ao objeto descrito acima sob as condições especificadas, não sendo extensivos a qualquer outro. * Não é permitida sua reprodução parcial. * A incerteza expandida relatada corresponde a um nível de confiança de aproximadamente 95%.

Folha nº1/1

Anexo IV – Certificado da calibração da balança de 0,01 mg – pág.1



CONFIABILIDADE TOTAL EM CALIBRAÇÃO



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Empresa Brasileira de Metrologia Ltda. (Peso Exato Indústria e Comércio de Balanças Ltda.)		Cert. nº: 906/2006 Página: 1 de 2			
Rede Brasileira de Calibração Laboratório de Calibração Acreditado pelo CGCRE/INMETRO sob Nº 301					
1. IDENTIFICAÇÃO DO CLIENTE Cliente: Pontifícia Universidade Católica - PUC Endereço: Rua Marquês de São Vicente, nº 225 Gávea - RJ - 22451-900					
2. CONDIÇÕES AMBIENTAIS Temperatura Ambiental (°C): 25 ± 5 Umidade Relativa do Ar (%): 61 ± 10 Pressão Atmosférica (hPa): 1009 ± 5 Climatizado: () Não (X) Sim Estável: () Não (X) Sim					
3. PROCEDIMENTO Calibração executada através da comparação de pesos-padrão com as indicações do instrumento calibrado, conforme procedimento POT-04-102 (Para balanças mecânicas) e POT-04-103 (Para balanças eletrônicas).					
4. OBJETO CALIBRADO					
Descrição:	Balança Eletrônica	Fabricante: Mettler			
Nº série:	1116352403	Modelo: AT261			
TAG:	1116352403	Classe: <u>I</u>			
Carga min.:	0,0002g	e: 0,001g / 0,001g			
Capacidade:	62g / 205g	d: 0,00001g / 0,0001g			
Faixa de utilização:	0 a 200g	Data da calibração: 28/03/06			
Local:	Labman 576	Segundo a Portaria 256/94, o instrumento encontra-se: Aprovado			
5. PADRÕES UTILIZADOS / RASTREABILIDADE					
Padrões	Identificação	Marca	Certificado	Órgão	Validade
Conjunto de Pesos-padrão	PMPP-08	Rico Lake	M-12311/04	KN Wsagen	27/05/08
Este certificado atende aos requisitos de acreditação do INMETRO, o qual avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida.					
Rio de Janeiro, 5 de abril de 2005					
Signatário Autorizado Lucas Marinho Técnico Líder					

Peso Exato Indústria e Comércio de Balanças Ltda
 Av. Brasil, 18.610 - Coelho Neto - Rio de Janeiro, RJ - Cep: 21350-000 / Tel: (21) 3371-5656
 FAX: (21) 2471-2800 www.pesoexato.com.br metrologia@pesoexato.com.br

Anexo IV – Certificado da calibração da balança de 0,01 mg – pág.2



CONFIABILIDADE TOTAL EM CALIBRAÇÃO



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO
 Empresa Brasileira de Metrologia Ltda.
 (Peso Exato Indústria e Comércio de Balanças Ltda.)

Cert. n°: 906/2006

Página: 2 de 2

Rede Brasileira de Calibração

Laboratório de Calibração Acreditado pelo CGCRE/INMETRO sob N° 301

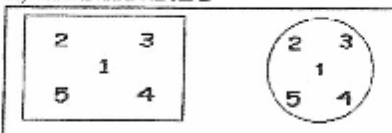
6. RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

VVC do Padrão (g)	Antes do Ajuste (g)	Valor Médio Final* (g)	Erro de Medição (g)	Incerteza Expandida (g)	Fator de Abrangência "k"	Graus de Liberdade Efetivos	Limite de erro (g) (Port. 236/94)
0,50002	0,50001	0,50001	-0,00001	0,00002	2,00	infinito	0,00100
10,00000	10,00002	10,00001	0,00001	0,00004	2,00	infinito	0,00100
20,00000	20,00019	20,00003	0,00003	0,00005	2,00	infinito	0,00100
49,99986	50,00023	50,00008	0,00022	0,00014	2,00	infinito	0,00100
79,9999	80,0004	80,0001	0,0002	0,0002	2,00	infinito	0,0020
100,0000	100,0000	100,0001	0,0001	0,0003	2,00	infinito	0,0020
120,0000	120,0000	120,0001	0,0001	0,0003	2,00	infinito	0,0020
149,9999	150,0000	150,0002	0,0003	0,0004	2,00	infinito	0,0020
169,9999	170,0000	170,0002	0,0003	0,0004	2,00	infinito	0,0020
199,9999	200,0000	199,9998	-0,0001	0,0005	2,00	infinito	0,0020

OBS: A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência $k=2$, o qual para uma distribuição t com determinados graus de liberdade efetivos**, corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

*Média de 3 medições

**relacionados na tabela

7. TESTES REALIZADOS**A) EXCENTRICIDADE**

(X) Quadrado

() Redondo

Indicação	1	50,00013
Média	2	49,99999
	3	49,99999
	4	50,00020
	5	50,00011

8. OBSERVAÇÕES

- Este equipamento está em conformidade com os itens 3.5 a 3.7 da portaria 236/94 do INMETRO.
- As atividades de reparo e ajustes porventura realizados neste instrumento não fazem parte do escopo de serviços acreditados pelo CGCRE/INMETRO.
- Este certificado é válido exclusivamente para o equipamento descrito, nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer outros, mesmo que similares.
- A calibração efetuada não isenta o objeto do controle metrológico estabelecido pela regulamentação metrológica.
- Os dados deste certificado estão de acordo com o ISO GUM (2ª edição brasileira) e a publicação EA-4/02:1999.

Rio de Janeiro, 5 de abril de 2006

Assinatura Autorizada

Lucas Marinho
 Lucas Marinho
 Técnico Líder

Peso Exato Indústria e Comércio de Balanças Ltda

Av. Brasil, 18.610 - Coelho Neto - Rio de Janeiro, RJ - Cep: 21350-000 / Tel: (21) 3371-5656
 FAX: (21) 2471-2800 www.pesoexato.com.br metrologia@pesoexato.com.br

Anexo V – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2 MI – pág. 1

2Metil Indol na presença de KI

Reprodutibilidade			repetitividade		
Nº de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)	Nº de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	1,51E-03	1,81E-03	1	1,51E-03	1,56E-03
2	1,82E-03	1,49E-03	2	1,82E-03	1,56E-03
3	1,98E-03	2,17E-03	3	1,98E-03	1,57E-03
4	1,14E-03	1,79E-03	4	1,14E-03	1,57E-03
5	1,80E-03	1,26E-03	5	1,80E-03	1,54E-03
6	1,54E-03	1,98E-03	6	1,54E-03	1,54E-03
7	2,07E-03	1,74E-03	7	2,07E-03	1,48E-03
8	1,36E-03	1,98E-03	8	1,36E-03	1,48E-03
9	1,54E-03	1,54E-03	9	1,54E-03	1,47E-03
10	1,56E-03	1,25E-03	10	1,56E-03	1,45E-03
Media	1,63E-03	1,70E-03	Media	1,63E-03	1,52E-03
Desvpad	2,85E-04	3,13E-04	Desvpad	2,85E-04	4,66E-05
repe = CV(%)	17	18	repe = CV(%)	17	3
s^2_{entre}	6,58E-09		s^2_r	8,94E-08	
s^2_r	8,94E-08		s_r (repe), mol L ⁻¹	2,99E-04	
s^2_R	9,60E-08		s_r (repe), %	18%	
s_R (repro), mol L ⁻¹	3,10E-04				
s_R (repro), %	18%				

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,016331944	0,001633	8,11E-08
Coluna 2	10	0,017018855	0,001702	9,77E-08

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,3592E-08	1	2,36E-08	0,264	0,614	4,414
Dentro dos grupos	1,6095E-06	18	8,94E-08			
Total	1,6331E-06	19				

Base de cálculo:

$$s^2_{entre} = (MQ_{entre} - MQ_{dentro}) / n \quad 6,58E-09$$

$$s^2_r = MQ_{dentro} \quad 8,94E-08 \quad \quad \quad 2,99E-04$$

$$s^2_R = (s^2_r + s^2_{entre}) \quad 9,60E-08 \quad \quad \quad 3,1E-04$$

% 17,6 Repe

% 18,2 Repro

Anexo V – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2 MI – pág. 2

2Metil Indol na presença de TINO₃ e SDS**Reprodutibilidade**

N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	2,08E-03	2,13E-03
2	1,36E-03	3,37E-03
3	2,12E-03	2,40E-03
4	1,30E-03	2,46E-03
5	1,98E-03	1,62E-03
6	1,97E-03	1,86E-03
7	1,70E-03	2,33E-03
8	1,89E-03	2,68E-03
9	2,11E-03	1,84E-03
10	1,68E-03	2,48E-03
Media	1,82E-03	2,32E-03
Desvpad	3,00E-04	5,01E-04
repe = CV(%)	16	22
s_{entre}^2	1,06E-07	
s_r^2	1,70E-07	
s_R^2	2,77E-07	
s_R (repro), mol L⁻¹	5,26E-04	
s_R (repro), %	23%	

repetitividade

N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	2,08E-03	1,63E-03
2	1,36E-03	1,39E-03
3	2,12E-03	1,46E-03
4	1,30E-03	1,49E-03
5	1,98E-03	1,51E-03
6	1,97E-03	1,55E-03
7	1,70E-03	1,56E-03
8	1,89E-03	1,60E-03
9	2,11E-03	1,59E-03
10	1,68E-03	1,59E-03
Media	1,82E-03	1,54E-03
Desvpad	3,00E-04	7,44E-05
repe = CV(%)	16	5
s_r^2	1,70E-07	
s_r (repe), mol L⁻¹	4,13E-04	
s_r (repe), %	18%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,018199317	0,00182	8,98E-08
Coluna 2	10	0,023168412	0,002317	2,51E-07

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,23E-06	1	1,23E-06	7,245	0,015	4,414
Dentro dos grupos	3,07E-06	18	1,70E-07			
Total	4,30E-06	19				

Base de cálculo:

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

1,06E-07

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

1,70E-07

4,13E-04
%

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

2,77E-07

5,26E-04

%

22,7

Anexo VI – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7MI – pág. 1

7 Metil Indol na presença de KI

Reprodutibilidade

N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	4,36E-04	3,97E-04
2	4,28E-04	2,93E-04
3	4,76E-04	4,29E-04
4	4,16E-04	4,21E-04
5	2,83E-04	4,31E-04
6	4,46E-04	3,73E-04
7	3,37E-04	4,60E-04
8	3,52E-04	5,67E-04
9	4,13E-04	5,36E-04
10	4,66E-04	3,89E-04
Media	4,05E-04	4,29E-04
Desvpad	6,19E-05	7,88E-05
repe = CV(%)	15	18
s^2_{entre}	2,09E-10	
s^2_r	5,02E-09	
s^2_R	5,23E-09	
s_R (repro), mol L⁻¹	7,23E-05	
s_R (repro),%	17%	

repetitividade

N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	4,36E-04	4,67E-04
2	4,28E-04	4,44E-04
3	4,76E-04	4,52E-04
4	4,16E-04	4,54E-04
5	2,83E-04	4,50E-04
6	4,46E-04	4,29E-04
7	3,37E-04	4,25E-04
8	3,52E-04	4,18E-04
9	4,13E-04	4,01E-04
10	4,66E-04	4,10E-04
Media	4,05E-04	4,35E-04
Desvpad	6,19E-05	2,16E-05
repe = CV(%)	15	5
s^2_r	5,02E-09	
s_r (repe), mol L⁻¹	7,09E-05	
s_r (repe),%	17%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,004052987	0,000405	3,83E-09
Coluna 2	10	0,004294994	0,000429	6,21E-09

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,92837E-09	1	2,93E-09	0,583	0,455	4,414
Dentro dos grupos	9,04009E-08	18	5,02E-09			
Total	9,33293E-08	19				

Base de cálculo:

$$s^2_{entre} = (MQ_{entre} - MQ_{dentro}) / n$$

2,09E-10

$$s^2_r = MQ_{dentro}$$

5,02E-09

7,09E-05
%

$$s^2_R = (s^2_r + s^2_{entre})$$

5,23E-09

7,23E-05

%

16,8

Anexo VI – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7MI – pág. 2

7 Metil Indol na presença de TINO3 e SDS

Reprodutibilidade

N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	2,39E-04	1,83E-04
2	2,71E-04	3,04E-04
3	1,93E-04	2,38E-04
4	2,26E-04	1,85E-04
5	2,99E-04	3,11E-04
6	2,63E-04	2,92E-04
7	1,52E-04	2,30E-04
8	2,57E-04	2,13E-04
9	1,80E-04	1,98E-04
10	1,81E-04	1,62E-04
Media	2,26E-04	2,32E-04
Desvpad	4,78E-05	5,38E-05
repe = CV(%)	21	23
s_{entre}^2	2,43E-10	
s_r^2	2,59E-09	
s_R^2	2,83E-09	
s_R (repro), mol L⁻¹	5,32E-05	
s_R (repro),%	23%	

repetitividade

N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	2,39E-04	2,53E-04
2	2,71E-04	2,51E-04
3	1,93E-04	2,22E-04
4	2,26E-04	2,55E-04
5	2,99E-04	2,51E-04
6	2,63E-04	2,41E-04
7	1,52E-04	2,18E-04
8	2,57E-04	2,45E-04
9	1,80E-04	2,17E-04
10	1,81E-04	2,41E-04
Media	2,26E-04	2,39E-04
Desvpad	4,78E-05	1,49E-05
repe = CV(%)	21	6
s_r^2	2,59E-09	
s_r (repe), mol L⁻¹	5,09E-05	
s_r (repe),%	22%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,002259221	0,000226	2,28517E-09
Coluna 2	10	0,002316618	0,000232	2,89883E-09

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,64725E-10	1	1,65E-10	0,064	0,804	4,414
Dentro dos grupos	4,6656E-08	18	2,59E-09			
Total	4,68207E-08	19				

Base de cálculo:

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

2,43E-10

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

2,59E-09

5,09E-05
%

$$s_R^2 = (s_r^2 + s_{entre}^2)$$

2,83E-09

5,32E-05

%

23,0

Anexo VII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 1

Curva Analítica - 2MI + KI - SS RTP

n	Conc. (mol L-1)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios^2	C^2
1	0,00E+00	59,47	50,91	8,56	73,21	0,00E+00
2	0,00E+00	47,58	50,91	3,33	11,12	0,00E+00
3	0,00E+00	74,99	50,91	24,08	579,65	0,00E+00
4	4,70E-04	113,69	144,29	30,60	936,35	2,21E-07
5	4,70E-04	139,00	144,29	5,29	27,98	2,21E-07
6	4,70E-04	120,52	144,29	23,77	565,01	2,21E-07
7	7,50E-04	203,02	199,92	3,10	9,62	5,63E-07
8	7,50E-04	240,68	199,92	40,76	1661,54	5,63E-07
9	7,50E-04	156,65	199,92	43,27	1872,12	5,63E-07
10	1,30E-03	259,82	309,19	49,37	2437,16	1,69E-06
11	1,30E-03	325,46	309,19	16,27	264,79	1,69E-06
12	1,30E-03	339,44	309,19	30,25	915,21	1,69E-06
13	1,60E-03	349,29	368,79	19,50	380,22	2,56E-06
14	1,60E-03	360,00	368,79	8,79	77,25	2,56E-06
15	1,60E-03	379,78	368,79	10,99	120,80	2,56E-06
16	1,90E-03	440,00	428,39	11,61	134,77	3,61E-06
17	1,90E-03	436,22	428,39	7,83	61,30	3,61E-06
18	1,90E-03	441,59	428,39	13,20	174,22	3,61E-06
Soma	1,81E-02				10302,31	2,59E-05
					n=	18

Cálculos:

Interc. 50,914 a (coef. linear)
Inclinação 198672 b (coef. angular)

Curva analítica de 05/12/2007
 $y = 198672x + 50,914$
 $R^2 = 0,9944$

Soma desvios^2 10302,31
 s^2 6,44E+02 (Soma desvios^2/n-2)
Soma C^2 2,59E-05
SomaC 1,81E-02
(SomaC)^2 3,26E-04
D 1,41E-04 [(Soma C^2 x (SomaC)^2)/n]

Incertezas da curva

$s^2(a)$ 1,19E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma } C^2]/D$ s(a) 10,90
 $s^2(b)$ 8,24E+07 $u_b = (n \times s^2)/D$ s(b) 9079,91

Razão entre a e b

ra,b -0,84 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C^2)]
Intensidade de sinal (%) 83,6 (ra,b x 100)

Coefficientes de sensibilidade

ci_a -5,03E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
 ci_b -9,90E-09 [- (cia - interação)/inclinação^2] (Intensidade de sinal)

Incerteza combinada

U_{curva} 5,33E-05 [RAIZ((B46^2)*B38+(B47^2)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo VII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 2

ISO GUM

Medição de $[2MI] \text{ mol L}^{-1} + KI$ por SS RTP

		Unidades			
Mensurando					
SS RTP (conc. 2MI)	131,18	mol L ⁻¹			
Grandezas de entrada					
Mol (1 mol = 131,18 g - 1L)	131,18	g mol ⁻¹			
Volume	1	L			
Fontes de entrada				40	400
Repetitividade (ur)					
Repetição	desvio padrão	2,99E-04	mol L ⁻¹	n	10 troca de substrato+analista
Reprodutibilidade (uR)					
Analista	desvio entre anal.	3,10E-04	mol L ⁻¹	n	10
Soluções (us)					
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p
u Fator diluição (f ₃₆)		0,21			
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%
Curva analítica					
ucurva	Ucurva	5,33E-05	mol L ⁻¹		

Incertezas das Grandezas de entrada

ur	2,99E-04	mol L ⁻¹		Dist. Normal
uR	3,10E-04	mol L ⁻¹		Dist. Normal
u1s	1,38E-06	L		
u2s	3,45E-07	L		
u3s	2,16E-08	L		
u1-3s	6,51E-07	L	8,53E-05	Dist. Normal
u4s	1,00E-05	g		

Coefficientes de sensibilidade

c _{im}	1	L
c _{ia}	131,18	g mol ⁻¹

Componentes de Incertezas

ur	2,99E-04	repe
uR	3,10E-04	repro
u1-3s	6,51E-07	volumes
u4s	7,62E-08	balança
u1-4s	6,55E-07	e incertezas
ucurva	5,33E-05	mol L ⁻¹

Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.

Repe	2,99E-04
Repro	3,10E-04
Soluções críticas	6,51E-07
Curva analítica	5,33E-05
uSS RTP combinada	4,34E-04

Incerteza Combinada

uSS RTP combinada	4,34E-04	mol L ⁻¹
-------------------	----------	---------------------

Graus de Liberdade

v	39
---	----

Memória
3,54E-14 8,88E-16

Coefficiente de abrangência (t-student)

k	2,02
---	------

5% de significância

Incerteza Expandida

Uexpandida = U _(k=2,01;95%)	8,68E-04	mol L ⁻¹
	3,31E-11	mol 5uL
	4,34E-09	g
	4,3389	ng

Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)

Anexo VII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 3

Curva Analítica - 2MI + TI + SDS - SS RTP

n	Conc. (mol L-1)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios^2	C^2
1	0,00E+00	66,95	55,83	11,12	123,74	0,00E+00
2	0,00E+00	76,20	55,83	20,37	415,10	0,00E+00
3	0,00E+00	77,87	55,83	22,04	485,94	0,00E+00
4	8,00E-05	81,41	94,27	12,86	165,30	6,40E-09
5	8,00E-05	90,82	94,27	3,45	11,88	6,40E-09
6	8,00E-05	87,66	94,27	6,61	43,65	6,40E-09
7	1,01E-04	105,99	104,36	1,63	2,66	1,02E-08
8	1,01E-04	91,90	104,36	12,46	155,19	1,02E-08
9	1,01E-04	99,35	104,36	5,01	25,08	1,02E-08
10	3,04E-04	272,13	201,90	70,23	4932,02	9,24E-08
11	3,04E-04	170,05	201,90	31,85	1014,53	9,24E-08
12	3,04E-04	239,24	201,90	37,34	1394,15	9,24E-08
13	5,00E-04	319,57	296,08	23,49	551,69	2,50E-07
14	5,00E-04	299,72	296,08	3,64	13,24	2,50E-07
15	5,00E-04	242,96	296,08	53,12	2821,95	2,50E-07
16	6,99E-04	368,30	391,70	23,40	547,74	4,89E-07
17	6,99E-04	377,87	391,70	13,83	191,38	4,89E-07
18	6,99E-04	418,82	391,70	27,12	735,28	4,89E-07
Soma	5,05E-03				13630,52	2,54E-06
					n=	18

Cálculos:

Interc.	55,826 a (coef. linear)
Inclinação	480512 b (coef. angular)
Soma desvios^2	13630,52
s ²	8,52E+02 (Soma desvios^2/n-2)
Soma C^2	2,54E-06
SomaC	5,05E-03
(SomaC)^2	2,55E-05
D	2,02E-05 [Soma C^2 x (SomaC)^2]/n

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 480512x + 55,826$
 $R^2 = 0,9958$

Incetezas da curva

s ² (a)	1,07E+02	u _a = [s ² x Soma C^2]/D	s(a)	10,34
s ² (b)	7,57E+08	u _b = (n x s ²)/ D	s(b)	27519,10

Razão entre a e b

ra,b	-0,75 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C^2)]
Intensidade de sinal (%)	74,7 (ra,b x 100)

Coeficientes de sensibilidade

		y _{maior}	
ci _a	-2,08E-06 (-1/ inclinação)	(Intensidade de sinal)	441,59
ci _b	-1,67E-09 [- (cia - interação)/inclinação^2]		

Incetza combinada

U _{curva}	3,32E-05 [RAIZ((B46^2)*B38+(B47^2)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]
--------------------	--

Anexo VII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 4

ISO GUM

Medição de [2MI + TI + SDS] mol L⁻¹ por SS RTP

			Unidades				
Mensurando							
SSRTP (conc. 2MI)	131,18		mol L-1				
Grandezas de entrada							
Mol (1 mol =131,18 g - 1L)	131,18		g mol-1				
Volume	1		L				
Fontes de entrada					40	400	
Repetitividade (ur)							
Repetição	desvio padrão	4,13E-04	mol L- 1		n	10	troca de substrato+analista
Reprodutibilidade (uR)							
Analista	desvio entre anal.	5,26E-04	mol L- 1		n	10	
Soluções (us)							
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k		2,18 p	95%
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k		2,32 p	95%
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k		2,32 p	
u Fator diluição (f36)		0,21					
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k		2 p	95%
Curva analítica							
ucurva	Ucurva	3,32E-05	mol L-1				
Incertezas das Grandezas de entrada							
ur	4,13E-04		mol L- 1				Dist. Normal
uR	5,26E-04		mol L- 1				Dist. Normal
u1s	1,38E-06		L				
u2s	3,45E-07		L				
u3s	2,16E-08		L				
u1-3s	6,51E-07		L		8,53E-05		Dist. Normal
u4s	1,00E-05		g				
Coefficientes de sensibilidade							
ci_m	1		L				
ci_a	131,18		g mol-1				
Componentes de Incertezas					Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.		
ur	4,13E-04	repe			Repe	4,13E-04	
uR	5,26E-04	repro			Repro	5,26E-04	
u1-3s	6,51E-07	volumes			Soluções críticas	6,51E-07	
u4s	7,62E-08	balança			Curva analítica	3,32E-05	
u1-4s	6,55E-07	ε incertezas			uSSRTP combinada	6,70E-04	
ucurva	3,32E-05		mol L-1				
Incerteza Combinada							
uSSRTP combinada	6,70E-04		mol L-1				
Graus de Liberdade					Memória		
v	62				2,01E-13	3,23E-15	
Coefficiente de abrangência (t-student)					5% de significância		
k	2,00						
Incerteza Expandida							
Uexpandida = U(k=2,01;95%)	1,34E-03		mol L-1				
	5,10E-11		mol 5uL				
	6,70E-09		g				
	6,6958		ng		Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)		

Anexo VIII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 1

Curva Analítica - 7MI + KI- SS RTP

n	Conc. (mol L-1)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios^2	C^2
1	0,00E+00	35,93	42,01	6,08	36,92	0,00E+00
2	0,00E+00	40,91	42,01	1,10	1,20	0,00E+00
3	0,00E+00	38,42	42,01	3,59	12,86	0,00E+00
4	2,60E-04	146,33	186,02	39,69	1575,50	6,76E-08
5	2,60E-04	190,01	186,02	3,99	15,90	6,76E-08
6	2,60E-04	143,53	186,02	42,49	1805,62	6,76E-08
7	3,10E-04	205,17	213,72	8,55	73,07	9,61E-08
8	3,10E-04	165,35	213,72	48,37	2339,47	9,61E-08
9	3,10E-04	265,47	213,72	51,75	2678,26	9,61E-08
10	4,10E-04	292,07	269,11	22,96	527,20	1,68E-07
11	4,10E-04	262,25	269,11	6,86	47,05	1,68E-07
12	4,10E-04	285,44	269,11	16,33	266,70	1,68E-07
13	5,20E-04	356,10	330,04	26,06	679,17	2,70E-07
14	5,20E-04	300,71	330,04	29,33	860,20	2,70E-07
15	5,20E-04	304,83	330,04	25,21	635,50	2,70E-07
Soma	4,50E-03				11554,62	1,81E-06
					n=	15

Cálculos:

Interc. 42,006 a (coef. linear)
Inclinação 553910 b (coef. angular)

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 553910x + 42,006$
 $R^2 = 0,9949$

Soma desvios^2 11554,62
 s^2 8,89E+02 (Soma desvios^2/n-2)
Soma C^2 1,81E-06
SomaC 4,50E-03
(SomaC)^2 2,03E-05
D 6,85E-06 [Soma C^2 x (SomaC)^2]/n

Incetezas da curva

$s^2(a)$ 2,34E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma C}^2]/D$ $s(a)$ 15,31
 $s^2(b)$ 1,95E+09 $u_b = (n \times s^2)/D$ $s(b)$ 44120,28

Razão entre a e b

ra,b -0,86 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C^2)]
Intensidade de sinal (%) 86,4 (ra,b x 100)

Coeficientes de sensibilidade

c_{i_a} -1,81E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
(Intensidade de sinal)
 c_{i_b} -1,30E-09 [- (cia - interação)/inclinação^2]

Incerteza combinada

U_{curva} 3,63E-05 [RAIZ((B46^2)*B38+(B47^2)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo VIII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 2

ISO GUM

Medição de [7MI]+KI mol L⁻¹ por SS RTP

		Unidades			
Mensurando					
SS RTP (conc. 2MI)	131,18	mol L ⁻¹			
Grandezas de entrada					
Mol (1 mol = 131,18 g - 1L)	131,18	g mol ⁻¹			
Volume	1	L			
Fontes de entrada				40	400
Repetitividade (ur)					
Repetição	desvio padrão	7,09E-05	mol L ⁻¹	n	10 troca de substrato+analista
Reprodutibilidade (uR)					
Analista	desvio entre anal.	7,23E-05	mol L ⁻¹	n	10
Soluções (us)					
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p
u Fator diluição (f ₃₆)		0,21			
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%
Curva analítica					
ucurva	Ucurva	3,63E-05	mol L ⁻¹		
Incertezas das Grandezas de entrada					
ur	7,09E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
uR	7,23E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
u1s	1,38E-06	L			
u2s	3,45E-07	L			
u3s	2,16E-08	L			
u1-3s	6,51E-07	L	8,53E-05	Dist. Normal	
u4s	1,00E-05	g			
Coefficientes de sensibilidade					
ci _m	1	L			
ci _a	131,18	g mol ⁻¹			
Componentes de Incertezas				Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.	
ur	7,09E-05	repe			Repe 7,09E-05
uR	7,23E-05	repro			Repro 7,23E-05
u1-3s	6,51E-07	volumes			Soluções críticas 6,51E-07
u4s	7,62E-08	balança			Curva analítica 3,63E-05
u1-4s	6,55E-07	e incertezas			uSS RTP combinada 1,08E-04
ucurva	3,63E-05	mol L ⁻¹			
Incerteza Combinada					
uSS RTP combinada	1,08E-04	mol L ⁻¹			
Graus de Liberdade				Memória	
v	47			1,34E-16	2,80E-18
Coefficiente de abrangência (t-student)				5% de significância	
k	2,01				
Incerteza Expandida					
Uexpandida = U _(k=2,01;95%)	2,15E-04	mol L ⁻¹			
	8,20E-12	mol 5uL			
	1,08E-09	g			
	1,0758	ng	Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)		

Anexo VIII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 3

Curva Analítica - 7MI +TI + SDS - SS RTP

n	Conc. (mol L ⁻¹)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios ²	C ²
1	0,00E+00	35,93	42,01	6,08	36,92	0,00E+00
2	0,00E+00	40,91	42,01	1,10	1,20	0,00E+00
3	0,00E+00	38,42	42,01	3,59	12,86	0,00E+00
4	2,60E-04	146,33	186,02	39,69	1575,50	6,76E-08
5	2,60E-04	190,01	186,02	3,99	15,90	6,76E-08
6	2,60E-04	143,53	186,02	42,49	1805,62	6,76E-08
7	3,10E-04	205,17	213,72	8,55	73,07	9,61E-08
8	3,10E-04	165,35	213,72	48,37	2339,47	9,61E-08
9	3,10E-04	265,47	213,72	51,75	2678,26	9,61E-08
10	4,10E-04	292,07	269,11	22,96	527,20	1,68E-07
11	4,10E-04	262,25	269,11	6,86	47,05	1,68E-07
12	4,10E-04	285,44	269,11	16,33	266,70	1,68E-07
13	5,20E-04	356,10	330,04	26,06	679,17	2,70E-07
14	5,20E-04	300,71	330,04	29,33	860,20	2,70E-07
15	5,20E-04	304,83	330,04	25,21	635,50	2,70E-07
Soma	4,50E-03				11554,62	1,81E-06
					n=	15

Cálculos:

Interc. 42,006 a (coef. linear)
Inclinação 553910 b (coef. angular)

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 553910x + 42,006$
 $R^2 = 0,9949$

Soma desvios² 11554,62
 s^2 8,89E+02 (Soma desvios²/n-2)
Soma C² 1,81E-06
SomaC 4,50E-03
(SomaC)² 2,03E-05
D 6,85E-06 [(Soma C² x (SomaC)²)/n]

Incerezas da curva

$s^2(a)$ 2,34E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma } C^2] / D$ s(a) 15,31
 $s^2(b)$ 1,95E+09 $u_b = (n \times s^2) / D$ s(b) 44120,28

Razão entre a e b

ra,b -0,86 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C²)]
Intensidade de sinal (%) 86,4 (ra,b x 100)

Coefficientes de sensibilidade

ci_a -1,81E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
(Intensidade de sinal)
 ci_b -1,30E-09 [- (cia - interação)/inclinação²]

Incerteza combinada

U_{curva} 3,63E-05 [RAIZ((B46²)*B38+(B47²)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo VIII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 4

ISO GUM

Medição de [7MI]+ TI + SDS mol L⁻¹ por SSRTP

		Unidades			
Mensurando					
SSRTP (conc. 2MI)	131,18	mol L ⁻¹			
Grandezas de entrada					
Mol (1 mol = 131,18 g - 1L)	131,18	g mol ⁻¹			
Volume	1	L			
Fontes de entrada				40	400
Repetitividade (ur)					
Repetição	desvio padrão	5,09E-05	mol L ⁻¹	n	10 troca de substrato+analista
Reprodutibilidade (uR)					
Analista	desvio entre anal.	5,32E-05	mol L ⁻¹	n	10
Soluções (us)					
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p
u Fator diluição (f ₃₆)		0,21			
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%
Curva analítica					
ucurva	Ucurva	3,63E-05	mol L ⁻¹		
Incertezas das Grandezas de entrada					
ur	5,09E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
uR	5,32E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
u1s	1,38E-06	L			
u2s	3,45E-07	L			
u3s	2,16E-08	L			
u1-3s	6,51E-07	L	8,53E-05	Dist. Normal	
u4s	1,00E-05	g			
Coefficientes de sensibilidade					
ci _m	1	L			
ci _a	131,18	g mol ⁻¹			
Componentes de Incertezas				Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.	
ur	5,09E-05	repe	Repe	5,09E-05	
uR	5,32E-05	repro	Repro	5,32E-05	
u1-3s	6,51E-07	volumes	Soluções críticas	6,51E-07	
u4s	7,62E-08	balança	Curva analítica	3,63E-05	
u1-4s	6,55E-07	ε incertezas	uSSRTP combinada	8,21E-05	
ucurva	3,63E-05	mol L ⁻¹			
Incerteza Combinada					
uSSRTP combinada	8,21E-05	mol L ⁻¹			
Graus de Liberdade				Memória	
v	60			4,55E-17	7,46E-19
Coefficiente de abrangência (t-student)				5% de significância	
k	2,00				
Incerteza Expandida					
Uexpandida = U _(k=2,01;95%)	1,64E-04	mol L ⁻¹			
	6,26E-12	mol 5uL			
	8,21E-10	g			
	0,8214	ng	Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)		

Anexo IX – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2 MI – pág. 1

2Metil Indol na presença de KI

Reprodutibilidade		
N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	1,51E-03	1,81E-03
2	1,82E-03	1,49E-03
3	1,98E-03	2,17E-03
4	1,14E-03	1,79E-03
5	1,80E-03	1,26E-03
6	1,54E-03	1,98E-03
7	2,07E-03	1,74E-03
8	1,36E-03	1,98E-03
9	1,54E-03	1,54E-03
10	1,56E-03	1,25E-03
Media	1,63E-03	1,70E-03
Desvpad	2,85E-04	3,13E-04
repe = CV(%)	17	18
s ² _{entre}	6,58E-09	
s ² _r	8,94E-08	
s ² _R	9,60E-08	
s _R (repro), mol L ⁻¹	8,11E-05	
s _R (repro),%	5%	

repetitividade		
N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	1,51E-03	1,56E-03
2	1,82E-03	1,56E-03
3	1,98E-03	1,57E-03
4	1,14E-03	1,57E-03
5	1,80E-03	1,54E-03
6	1,54E-03	1,54E-03
7	2,07E-03	1,48E-03
8	1,36E-03	1,48E-03
9	1,54E-03	1,47E-03
10	1,56E-03	1,45E-03
Media	1,63E-03	1,52E-03
Desvpad	2,85E-04	4,66E-05
repe = CV(%)	17	3
s ² _r	8,94E-08	
s _r (repe), mol L ⁻¹	2,99E-04	
s _r (repe),%	18%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,016331944	0,001633	8,11E-08
Coluna 2	10	0,017018855	0,001702	9,77E-08

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,35923E-08	1	2,36E-08	0,264	0,614	4,414
Dentro dos grupos	1,6095E-06	18	8,94E-08			
Total	1,6331E-06	19				

Base de cálculo:

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

6,58E-09

8,11E-05

%

5

repro

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

8,94E-08

2,99E-04

%

18

repe

$$s_R^2 = (s_r^2 + s_{entre}^2)$$

9,60E-08

Anexo IX – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 2 MI – pág. 2

2Metil Indol na presença de TINO₃ e SDS**Reprodutibilidade**

N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	2,08E-03	2,13E-03
2	1,36E-03	3,37E-03
3	2,12E-03	2,40E-03
4	1,30E-03	2,46E-03
5	1,98E-03	1,62E-03
6	1,97E-03	1,86E-03
7	1,70E-03	2,33E-03
8	1,89E-03	2,68E-03
9	2,11E-03	1,84E-03
10	1,68E-03	2,48E-03
Media	1,82E-03	2,32E-03
Desvpad	3,00E-04	5,01E-04
repe = CV(%)	16	22
s^2_{entre}	1,06E-07	
s^2_r	1,70E-07	
s^2_R	2,77E-07	
s_R (repro), mol L⁻¹	3,26E-04	
s_R (repro), %	14%	

repetitividade

N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	2,08E-03	1,63E-03
2	1,36E-03	1,39E-03
3	2,12E-03	1,46E-03
4	1,30E-03	1,49E-03
5	1,98E-03	1,51E-03
6	1,97E-03	1,55E-03
7	1,70E-03	1,56E-03
8	1,89E-03	1,60E-03
9	2,11E-03	1,59E-03
10	1,68E-03	1,59E-03
Media	1,82E-03	1,54E-03
Desvpad	3,00E-04	7,44E-05
repe = CV(%)	16	5
s^2_r	1,70E-07	
s_r (repe), mol L⁻¹	4,13E-04	
s_r (repe), %	18%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,018199317	0,00182	8,98E-08
Coluna 2	10	0,023168412	0,002317	2,51E-07

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,23E-06	1	1,23E-06	7,245	0,015	4,414
Dentro dos grupos	3,07E-06	18	1,70E-07			
Total	4,30E-06	19				

Base de cálculo:

$$s^2_{entre} = (MQ_{entre} - MQ_{dentro}) / n$$

1,06E-07

3,26E-04

%

14,1**repro**

$$s^2_r = MQ_{dentro}$$

1,70E-07

4,13E-04

%

17,8**repe**

$$s^2_R = (s^2_r + s^2_{entre})$$

2,77E-07

Anexo X – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7 MI – pág. 1

7 Metil Indol na presença de KI

Reprodutibilidade			repetitividade		
N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)	N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	4,36E-04	3,97E-04	1	4,36E-04	4,67E-04
2	4,28E-04	2,93E-04	2	4,28E-04	4,44E-04
3	4,76E-04	4,29E-04	3	4,76E-04	4,52E-04
4	4,16E-04	4,21E-04	4	4,16E-04	4,54E-04
5	2,83E-04	4,31E-04	5	2,83E-04	4,50E-04
6	4,46E-04	3,73E-04	6	4,46E-04	4,29E-04
7	3,37E-04	4,60E-04	7	3,37E-04	4,25E-04
8	3,52E-04	5,67E-04	8	3,52E-04	4,18E-04
9	4,13E-04	5,36E-04	9	4,13E-04	4,01E-04
10	4,66E-04	3,89E-04	10	4,66E-04	4,10E-04
Media	4,05E-04	4,29E-04	Media	4,05E-04	4,35E-04
Desvpad	6,19E-05	7,88E-05	Desvpad	6,19E-05	2,16E-05
repe = CV(%)	15	18	repe = CV(%)	15	5
s_{entre}^2	2,09E-10		s_r^2	5,02E-09	
s_r^2	5,02E-09		s_r (repe), mol L⁻¹	7,09E-05	
s_R^2	5,23E-09		s_r (repe),%	17%	
s_R (repro), mol L⁻¹	1,45E-05				
s_R (repro),%	3%				

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,004052987	0,000405	3,83E-09
Coluna 2	10	0,004294994	0,000429	6,21E-09

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,92837E-09	1	2,93E-09	0,583	0,455	4,414
Dentro dos grupos	9,04009E-08	18	5,02E-09			
Total	9,33293E-08	19				

Base de cálculo:

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

2,09E-10

1,45E-05

%

3,4

repro

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

5,02E-09

7,09E-05

%

16,5

repe

$$s_R^2 = (s_r^2 + s_{entre}^2)$$

5,23E-09

Anexo X – Memória de cálculo da repetitividade e reprodutibilidade do 7 MI – pág. 2

7 Metil Indol na presença de TINO3 e SDS

Reprodutibilidade

N° de replicatas	Analista 1 (mol L ⁻¹)	Analista 2 (mol L ⁻¹)
1	2,39E-04	1,83E-04
2	2,71E-04	3,04E-04
3	1,93E-04	2,38E-04
4	2,26E-04	1,85E-04
5	2,99E-04	3,11E-04
6	2,63E-04	2,92E-04
7	1,52E-04	2,30E-04
8	2,57E-04	2,13E-04
9	1,80E-04	1,98E-04
10	1,81E-04	1,62E-04
Media	2,26E-04	2,32E-04
Desvpad	4,78E-05	5,38E-05
repe = CV(%)	21	23
s_{entre}^2	2,43E-10	
s_r^2	2,59E-09	
s_R^2	2,83E-09	
s_R (repro), mol L⁻¹	1,56E-05	
s_R (repro),%	7%	

repetitividade

N° de replicatas	Troca de substrato	Mesmo substrato
1	2,39E-04	2,53E-04
2	2,71E-04	2,51E-04
3	1,93E-04	2,22E-04
4	2,26E-04	2,55E-04
5	2,99E-04	2,51E-04
6	2,63E-04	2,41E-04
7	1,52E-04	2,18E-04
8	2,57E-04	2,45E-04
9	1,80E-04	2,17E-04
10	1,81E-04	2,41E-04
Media	2,26E-04	2,39E-04
Desvpad	4,78E-05	1,49E-05
repe = CV(%)	21	6
s_r^2	2,59E-09	
s_r (repe), mol L⁻¹	5,09E-05	
s_r (repe),%	22%	

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Coluna 1	10	0,002259221	0,000226	2,28517E-09
Coluna 2	10	0,002316618	0,000232	2,89883E-09

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,64725E-10	1	1,65E-10	0,064	0,804	4,414
Dentro dos grupos	4,6656E-08	18	2,59E-09			
Total	4,68207E-08	19				

Base de cálculo:

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

2,43E-10

1,56E-05

%

7

repro

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

2,59E-09

5,09E-05

%

22,0

repe

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

2,83E-09

Anexo XI – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 1

Curva Analítica - 2MI + KI - SS RTP

n	Conc. (mol L-1)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios^2	C^2
1	0,00E+00	59,47	50,91	8,56	73,21	0,00E+00
2	0,00E+00	47,58	50,91	3,33	11,12	0,00E+00
3	0,00E+00	74,99	50,91	24,08	579,65	0,00E+00
4	4,70E-04	113,69	144,29	30,60	936,35	2,21E-07
5	4,70E-04	139,00	144,29	5,29	27,98	2,21E-07
6	4,70E-04	120,52	144,29	23,77	565,01	2,21E-07
7	7,50E-04	203,02	199,92	3,10	9,62	5,63E-07
8	7,50E-04	240,68	199,92	40,76	1661,54	5,63E-07
9	7,50E-04	156,65	199,92	43,27	1872,12	5,63E-07
10	1,30E-03	259,82	309,19	49,37	2437,16	1,69E-06
11	1,30E-03	325,46	309,19	16,27	264,79	1,69E-06
12	1,30E-03	339,44	309,19	30,25	915,21	1,69E-06
13	1,60E-03	349,29	368,79	19,50	380,22	2,56E-06
14	1,60E-03	360,00	368,79	8,79	77,25	2,56E-06
15	1,60E-03	379,78	368,79	10,99	120,80	2,56E-06
16	1,90E-03	440,00	428,39	11,61	134,77	3,61E-06
17	1,90E-03	436,22	428,39	7,83	61,30	3,61E-06
18	1,90E-03	441,59	428,39	13,20	174,22	3,61E-06
Soma	1,81E-02				10302,31	2,59E-05
					n=	18

Cálculos:

Interc.	50,914 a (coef. linear)
Inclinação	198672 b (coef. angular)
Soma desvios^2	10302,31
s ²	6,44E+02 (Soma desvios^2/n-2)
Soma C^2	2,59E-05
SomaC	1,81E-02
(SomaC)^2	3,26E-04
D	1,41E-04 [Soma C^2 x (SomaC)^2]/n

Curva analítica de 05/12/2007
 $y = 198672x + 50,914$
 $R^2 = 0,9944$

Incertezas da curva

s ² (a)	1,19E+02	u _a = [s ² x Soma C^2]/D]	s(a)	10,90
s ² (b)	8,24E+07	u _b = (n x s ²) / D	s(b)	9079,91

Razão entre a e b

ra,b	-0,84 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C^2)]
Intensidade de sinal (%)	83,6 (ra,b x 100)

Coeficientes de sensibilidade

		y _{maior}
ci _a	-5,03E-06 (-1/ inclinação)	(Intensidade de sinal) 441,59
ci _b	-9,90E-09 [- (cia - interação)/inclinação^2]	

Incerteza combinada

U _{curva}	5,33E-05 [RAIZ((B46^2)*B38+(B47^2)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]
--------------------	--

Anexo XI – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 2

ISO GUM

Medição de [2MI] mol L⁻¹ + KI por SS RTP

			Unidades			
Mensurando						
SSRTP (conc. 2MI)	131,18		mol L-1			
Grandezas de entrada						
Mol (1 mol =131,18 g - 1L)	131,18		g mol-1			
Volume	1		L			
Fontes de entrada						
			40	400		
Repetitividade (ur)						
Repetição	desvio padrão	2,99E-04	mol L- 1	n	10 troca de substrato+analista	
Reprodutibilidade (uR)						
Analista	desvio entre anal	8,11E-05	mol L- 1	n	10	
Soluções (us)						
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%	
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%	
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p	
u Fator diluição (f36)		0,21				
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%	
Curva analítica						
ucurva	Ucurva	5,33E-05	mol L-1			
Incertezas das Grandezas de entrada						
ur	2,99E-04		mol L- 1		Dist. Normal	
uR	8,11E-05		mol L- 1		Dist. Normal	
u1s	1,38E-06		L			
u2s	3,45E-07		L			
u3s	2,16E-08		L			
u1-3s	6,51E-07		L	8,53E-05	Dist. Normal	
u4s	1,00E-05		g			
Coefficientes de sensibilidade						
ci _m	1		L			
ci _a	131,18		g mol-1			
Componentes de Incertezas						
ur	2,99E-04	repe		Repe	2,99E-04	
uR	8,11E-05	repro		Repro	8,11E-05	
u1-3s	6,51E-07	volumes		Soluções críticas	6,51E-07	
u4s	7,62E-08	balança		Curva analítica	5,33E-05	
u1-4s	6,55E-07	ε incertezas		uSSRTP combinada	3,14E-04	
ucurva	5,33E-05		mol L-1			
Incerteza Combinada						
uSSRTP combinada	3,14E-04		mol L-1	%	20	
Graus de Liberdade						
v	10			Memória		
				9,77E-15	8,88E-16	
Coefficiente de abrangência (t-student)						
k	2,23			5% de significância		
Incerteza Expandida						
Uexpandida = U _(k=2,01;95%)	6,29E-04		mol L-1			
	2,40E-11		mol 5uL			
	3,14E-09		g			
	3,1439		ng			
				Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)		

Anexo XI – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 3

Curva Analítica - 2MI + TI + SDS - SS RTP

n	Conc. (mol L ⁻¹)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios ²	C ²
1	0,00E+00	66,95	55,83	11,12	123,74	0,00E+00
2	0,00E+00	76,20	55,83	20,37	415,10	0,00E+00
3	0,00E+00	77,87	55,83	22,04	485,94	0,00E+00
4	8,00E-05	81,41	94,27	12,86	165,30	6,40E-09
5	8,00E-05	90,82	94,27	3,45	11,88	6,40E-09
6	8,00E-05	87,66	94,27	6,61	43,65	6,40E-09
7	1,01E-04	105,99	104,36	1,63	2,66	1,02E-08
8	1,01E-04	91,90	104,36	12,46	155,19	1,02E-08
9	1,01E-04	99,35	104,36	5,01	25,08	1,02E-08
10	3,04E-04	272,13	201,90	70,23	4932,02	9,24E-08
11	3,04E-04	170,05	201,90	31,85	1014,53	9,24E-08
12	3,04E-04	239,24	201,90	37,34	1394,15	9,24E-08
13	5,00E-04	319,57	296,08	23,49	551,69	2,50E-07
14	5,00E-04	299,72	296,08	3,64	13,24	2,50E-07
15	5,00E-04	242,96	296,08	53,12	2821,95	2,50E-07
16	6,99E-04	368,30	391,70	23,40	547,74	4,89E-07
17	6,99E-04	377,87	391,70	13,83	191,38	4,89E-07
18	6,99E-04	418,82	391,70	27,12	735,28	4,89E-07
Soma	5,05E-03				13630,52	2,54E-06
					n=	18

Cálculos:

Interc. 55,826 a (coef. linear)
Inclinação 480512 b (coef. angular)

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 480512x + 55,826$
 $R^2 = 0,9958$

Soma desvios² 13630,52
 s^2 8,52E+02 (Soma desvios²/n-2)
Soma C² 2,54E-06
SomaC 5,05E-03
(SomaC)² 2,55E-05
D 2,02E-05 [(Soma C² x (SomaC)²)/n]

Incertezas da curva

$s^2(a)$ 1,07E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma } C^2] / D$ s(a) 10,34
 $s^2(b)$ 7,57E+08 $u_b = (n \times s^2) / D$ s(b) 27519,10

Razão entre a e b

ra,b -0,75 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C²)]
Intensidade de sinal (%) 74,7 (ra,b x 100)

Coefficientes de sensibilidade

c_{i_a} -2,08E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
(Intensidade de sinal)
 c_{i_b} -1,67E-09 [- (cia - interação)/inclinação²]

Incerteza combinada

U_{curva} 3,32E-05 [RAIZ((B46²)*B38+(B47²)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo XI – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 2MI – pág. 4

ISO GUM

Medição de [2MI + TI + SDS] mol L⁻¹ por SS RTP

			Unidades				
Mensurando							
SSRTP (conc. 2MI)	131,18	mol L-1					
Grandezas de entrada							
Mol (1 mol =131,18 g - 1L)	131,18	g mol-1					
Volume	1	L					
Fontes de entrada							
Repetitividade (ur)				40	400		
Repetição	desvio padrão	4,13E-04	mol L-1	n		10 troca de substrato+analista	
Reprodutibilidade (uR)							
Analista	desvio entre analistas	3,26E-04	mol L-1	n		10	
Soluções (us)							
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p	95%	
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p	95%	
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p		
u Fator diluição (f36)		0,21					
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p	95%	
Curva analítica							
ucurva	Ucurva	3,32E-05	mol L-1				
Incertezas das Grandezas de entrada							
ur	4,13E-04	mol L-1				Dist. Normal	
uR	3,26E-04	mol L-1				Dist. Normal	
u1s	1,38E-06	L					
u2s	3,45E-07	L					
u3s	2,16E-08	L					
u1-3s	6,51E-07	L		8,53E-05		Dist. Normal	
u4s	1,00E-05	g					
Coefficientes de sensibilidade							
ci _m	1	L					
ci _a	131,18	g mol-1					
Componentes de Incertezas							
ur	4,13E-04	repe	Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.				
uR	3,26E-04	repro					
u1-3s	6,51E-07	volumes					
u4s	7,62E-08	balança					
u1-4s	6,55E-07	e incertezas					
ucurva	3,32E-05	mol L-1					
Incerteza Combinada							
uSSRTP combinada	5,27E-04	mol L-1		%		31	
Graus de Liberdade							
v	23				Memória		
					7,72E-14	3,23E-15	
Coefficiente de abrangência (t-student)							
k	2,07				5% de significância		
Incerteza Expandida							
Uexpandida = U _(k=2,01,95%)	1,05E-03	mol L-1					
	4,02E-11	mol 5uL					
	5,27E-09	g					
	5,2719	ng	Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)				

Anexo XII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 1

Curva Analítica - 7MI + KI- SS RTP

n	Conc. (mol L-1)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios^2	C^2
1	0,00E+00	35,93	42,01	6,08	36,92	0,00E+00
2	0,00E+00	40,91	42,01	1,10	1,20	0,00E+00
3	0,00E+00	38,42	42,01	3,59	12,86	0,00E+00
4	2,60E-04	146,33	186,02	39,69	1575,50	6,76E-08
5	2,60E-04	190,01	186,02	3,99	15,90	6,76E-08
6	2,60E-04	143,53	186,02	42,49	1805,62	6,76E-08
7	3,10E-04	205,17	213,72	8,55	73,07	9,61E-08
8	3,10E-04	165,35	213,72	48,37	2339,47	9,61E-08
9	3,10E-04	265,47	213,72	51,75	2678,26	9,61E-08
10	4,10E-04	292,07	269,11	22,96	527,20	1,68E-07
11	4,10E-04	262,25	269,11	6,86	47,05	1,68E-07
12	4,10E-04	285,44	269,11	16,33	266,70	1,68E-07
13	5,20E-04	356,10	330,04	26,06	679,17	2,70E-07
14	5,20E-04	300,71	330,04	29,33	860,20	2,70E-07
15	5,20E-04	304,83	330,04	25,21	635,50	2,70E-07
Soma	4,50E-03				11554,62	1,81E-06
					n=	15

Cálculos:

Interc. 42,006 a (coef. linear)
Inclinação 553910 b (coef. angular)

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 553910x + 42,006$
 $R^2 = 0,9949$

Soma desvios^2 11554,62
 s^2 8,89E+02 (Soma desvios^2/n-2)
Soma C^2 1,81E-06
SomaC 4,50E-03
(SomaC)^2 2,03E-05
D 6,85E-06 [Soma C^2 x (SomaC)^2]/n

Incertezas da curva

$s^2(a)$ 2,34E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma } C^2] / s(a)$ 15,31
 $s^2(b)$ 1,95E+09 $u_b = (n \times s^2) / D$ 44120,28

Razão entre a e b

ra,b -0,86 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C^2)]
Intensidade de sinal (%) 86,4 (ra,b x 100)

Coefficientes de sensibilidade

c_{i_a} -1,81E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
 c_{i_b} -1,30E-09 [- (cia - interação)/inclinação^2]
(Intensidade de sinal)

Incerteza combinada

U_{curva} 3,63E-05 [RAIZ((B46^2)*B38+(B47^2)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo XII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 2

ISO GUM

Medição de $[7MI]+KI \text{ mol L}^{-1}$ por SS RTP

			Unidades			
Mensurando						
SSRTP (conc. 2MI)	131,18	mol L-1				
Grandezas de entrada						
Mol (1 mol =131,18 g - 1L)	131,18	g mol-1				
Volume	1	L				
Fontes de entrada						
Repetitividade (ur)			40	400		
Repetição	desvio padrão	7,09E-05	mol L- 1	n	10 troca de substrato+analista	
Reprodutibilidade (uR)						
Analista	desvio entre ar	1,45E-05	mol L- 1	n	10	
Soluções (us)						
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%	
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%	
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p	
u Fator diluição (f36)		0,21				
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%	
Curva analítica						
ucurva	Ucurva	3,63E-05	mol L-1			
Incertezas das Grandezas de entrada						
ur	7,09E-05	mol L- 1			Dist. Normal	
uR	1,45E-05	mol L- 1			Dist. Normal	
u1s	1,38E-06	L				
u2s	3,45E-07	L				
u3s	2,16E-08	L				
u1-3s	6,51E-07	L	8,53E-05		Dist. Normal	
u4s	1,00E-05	g				
Coefficientes de sensibilidade						
Cim	1	L				
Cia	131,18	g mol-1				
Componentes de Incertezas						
ur	7,09E-05	repe	Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.			
uR	1,45E-05	repro	Repe	7,09E-05		
u1-3s	6,51E-07	volumes	Repro	1,45E-05		
u4s	7,62E-08	balança	Soluções críticas	6,51E-07		
u1-4s	6,55E-07	ε incertezas	Curva analítica	3,63E-05		
ucurva	3,63E-05		uSSRTP combinada	8,09E-05		
Incerteza Combinada						
uSSRTP combinada	8,09E-05	mol L-1	%		19	
Graus de Liberdade						
v	15		Memória			
			4,29E-17	2,80E-18		
Coefficiente de abrangência (t-student)						
k	2,13		5% de significância			
Incerteza Expandida						
Uexpandida = U(k=2,01;95%)	1,62E-04	mol L-1				
	6,17E-12	mol 5uL				
	8,09E-10	g				
	0,8094	ng	Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (aliquota de 5 uL)			

Anexo XII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 3

Curva Analítica - 7MI +TI + SDS - SS RTP

n	Conc. (mol L ⁻¹)	Intensidade de sinal	Intensidade de sinal calc.	Desvio	Desvios ²	C ²
1	0,00E+00	35,93	42,01	6,08	36,92	0,00E+00
2	0,00E+00	40,91	42,01	1,10	1,20	0,00E+00
3	0,00E+00	38,42	42,01	3,59	12,86	0,00E+00
4	2,60E-04	146,33	186,02	39,69	1575,50	6,76E-08
5	2,60E-04	190,01	186,02	3,99	15,90	6,76E-08
6	2,60E-04	143,53	186,02	42,49	1805,62	6,76E-08
7	3,10E-04	205,17	213,72	8,55	73,07	9,61E-08
8	3,10E-04	165,35	213,72	48,37	2339,47	9,61E-08
9	3,10E-04	265,47	213,72	51,75	2678,26	9,61E-08
10	4,10E-04	292,07	269,11	22,96	527,20	1,68E-07
11	4,10E-04	262,25	269,11	6,86	47,05	1,68E-07
12	4,10E-04	285,44	269,11	16,33	266,70	1,68E-07
13	5,20E-04	356,10	330,04	26,06	679,17	2,70E-07
14	5,20E-04	300,71	330,04	29,33	860,20	2,70E-07
15	5,20E-04	304,83	330,04	25,21	635,50	2,70E-07
Soma	4,50E-03				11554,62	1,81E-06
					n=	15

Cálculos:

Interc. 42,006 a (coef. linear)
Inclinação 553910 b (coef. angular)

Curva analítica de 17/01/2008
 $y = 553910x + 42,006$
 $R^2 = 0,9949$

Soma desvios² 11554,62
 s^2 8,89E+02 (Soma desvios²/n-2)
Soma C² 1,81E-06
SomaC 4,50E-03
(SomaC)² 2,03E-05
D 6,85E-06 [(Soma C² x (SomaC)²)/n]

Incetezas da curva

$s^2(a)$ 2,34E+02 $u_a = [s^2 \times \text{Soma } C^2]/D$ s(a) 15,31
 $s^2(b)$ 1,95E+09 $u_b = (n \times s^2)/D$ s(b) 44120,28

Razão entre a e b

ra,b -0,86 [-Soma C/ Raiz(n x Soma C²)]
Intensidade de sinal (%) 86,4 (ra,b x 100)

Coefficientes de sensibilidade

ci_a -1,81E-06 (-1/ inclinação) y_{maior} 441,59
(Intensidade de sinal)
 ci_b -1,30E-09 [- (cia - interação)/inclinação²]

Incerteza combinada

U_{curva} 3,63E-05 [RAIZ((B46²)*B38+(B47²)*B39+2*B46*B47*E38*E39*B42)]

Anexo XII – Memória de cálculo da incerteza associada à curva analítica, da incerteza combinada e expandida do 7MI – pág. 4

ISO GUM

Medição de [7MI]+ TI + SDS mol L⁻¹ por SS RTP

		Unidades			
Mensurando					
SS RTP (conc. 2MI)	131,18	mol L ⁻¹			
Grandezas de entrada					
Mol (1 mol = 131,18 g - 1L)	131,18	g mol ⁻¹			
Volume	1	L			
Fontes de entrada				40	400
Repetitividade (ur)					
Repetição	desvio padrão	5,09E-05	mol L ⁻¹	n	10 troca de substrato+analista
Reprodutibilidade (uR)					
Analista	desvio entre an	1,56E-05	mol L ⁻¹	n	10
Soluções (us)					
Balão volumétrico 10 mL (cert.)	Inc. expandida	3,00E-06	L	k	2,18 p 95%
Micropipeta 20-200 uL (cert.)	Inc. expandida	8,00E-07	L	k	2,32 p 95%
Micropipeta 5uL (cert.)	Inc. expandida	5,00E-08	L	k	2,32 p
u Fator diluição (f ₃₆)		0,21			
Balança (Certificado)	Inc. expandida	2,00E-05	g	k	2 p 95%
Curva analítica					
ucurva	Ucurva	3,63E-05	mol L ⁻¹		
Incertezas das Grandezas de entrada					
ur	5,09E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
uR	1,56E-05	mol L ⁻¹			Dist. Normal
u1s	1,38E-06	L			
u2s	3,45E-07	L			
u3s	2,16E-08	L			
u1-3s	6,51E-07	L	8,53E-05		Dist. Normal
u4s	1,00E-05	g			
Coefficientes de sensibilidade					
ci _m	1	L			
ci _a	131,18	g mol ⁻¹			
Componentes de Incertezas				Gráfico de barras - contribuição das incertezas U comb.	
ur	5,09E-05	repe		Repe	5,09E-05
uR	1,56E-05	repro		Repro	1,56E-05
u1-3s	6,51E-07	volumes		Soluções críticas	6,51E-07
u4s	7,62E-08	balança		Curva analítica	3,63E-05
u1-4s	6,55E-07	ε incertezas		uSS RTP combinada	6,45E-05
ucurva	3,63E-05		mol L ⁻¹		
Incerteza Combinada					
uSS RTP combinada	6,45E-05	mol L ⁻¹		%	28
Graus de Liberdade				Memória	
v	23			1,73E-17	7,46E-19
Coefficiente de abrangência (t-student)				5% de significância	
k	2,07				
Incerteza Expandida					
Uexpandida = U _(k=2,01;95%)	1,29E-04	mol L ⁻¹			
	4,91E-12	mol 5uL			
	6,45E-10	g			
	0,6446	ng		Incerteza da massa deposita (ng) no substrato sólido (alíquota de 5 uL)	