

Estudo da variabilidade das fontes de entrada para o cálculo de incerteza de medição do teor de água em biodiesel

Júlio César Menezes de Oliveira(TC)*, Evandro José da Silva(PQ), Arica Fernandes Sousa(IC)

*julioocm.oliveira@uol.com.br

Depto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso

Palavras Chave: biodiesel, incerteza de medição, teor de água

Introdução

O teor de água é um parâmetro de qualidade para a avaliação preliminar do processo de metanólise e da certificação do biodiesel para comercialização¹.

O método utilizado para a determinação do teor de água na matriz biodiesel é ASTM D 6304². Para garantir resultados satisfatórios de teor de água com confiabilidade metrológica exigida pelos padrões de qualidade, realiza-se a avaliação das fontes de incerteza de medição na execução do método analítico. O valor da incerteza de medição incorporado garante que o resultado obtido do mensurando esteja o mais próximo possível de seu valor verdadeiro.

Este trabalho busca avaliar fontes de entrada para o cálculo da incerteza de medição para minimizar o impacto final na incerteza expandida de fator de abrangência $k=2$ e probabilidade de 95%.

Resultados e Discussão

As fontes de incerteza levantadas estão relacionadas aos equipamentos utilizados, a repetitividade e reprodutibilidade do método. A incerteza padrão de entrada da balança analítica está relacionada a sua resolução limitada, calibração e sua deriva ao longo do tempo. As fontes de incertezas aliadas ao titulador coulométrico estão referidas a sua resolução limitada e seu limite de tolerância na sua verificação intermediária. A literatura relata que a fonte que mais contribui para a incerteza padrão de entrada é a verificação intermediária do titulador coulométrico³. Diante deste fato realizou-se um experimento para avaliar matrizes estáveis para o uso na verificação intermediária que reduzam o impacto final no valor da incerteza expandida determinada.

A Tabela 1 apresenta os resultados da incerteza expandida obtidos para os materiais de verificação intermediária: Padrão Fluka Water Standard 1.00 (PFW), Óleo Mineral Hidráulico (OMH) e Água Reagente Tipo 2 (H₂O). O PFW tem distribuição de probabilidade (DP) normal porque seus valores medidos comportam-se como uma curva gaussiana normal e em contrapartida o OMH e H₂O tem a distribuição de probabilidade retangular porque seus

valores mensurados estão dispostos num intervalo determinado.

A menor incerteza expandida (U) de fator de abrangência $k=2$ e probabilidade de 95% foi de 3 mg/kg para o PFW em função deste possuir a menor incerteza padrão(u) e conseqüentemente a menor porcentagem de contribuição(PC) geral desta fonte de entrada. Este resultado reduz drasticamente a incerteza expandida relacionada ao teor de água na matriz biodiesel sob a mesma probabilidade de 95% e $k=2$, colaborando para que o analista aproxime do valor real deste parâmetro. Exemplificando, se o resultado bruto obtido no ensaio foi de 300 mg/kg e utilizando a U do PFW teremos uma probabilidade do valor real estar no intervalo de 298 – 302 mg/kg, em contrapartida para a U da H₂O teremos uma probabilidade do valor real estar entre 242 – 358 mg/kg.

Tabela 1. Resultados da Incerteza Expandida

Material	DP	u, mg/kg	PC, %	U, mg/kg
PFW	normal	1,5000	93,57	3
OMH	retangular	2,3098	97,18	5
H ₂ O	retangular	28,8675	99,98	58

Conclusões

O estudo confirmou que a maior contribuição de entrada para o cálculo da incerteza expandida, para o de teor de água em biodiesel, é a verificação intermediária do titulador coulométrico. O Padrão Fluka Water Standard reduziu a contribuição de entrada e proporcionou o menor valor de incerteza expandida, com fator de abrangência $k=2$ e probabilidade 95% , de 3 mg/kg.

Agradecimentos

A Central Analítica de Combustíveis/Depto Química/UFMT pelo apoio técnico e científico.

¹ Lôbo, I. P.; Ferreira, S. L. C. *Química Nova*. 32, 1596-1608, 2009.

² ASTM D6304. *American Society for Materials and Tests*. 2007.

³ Oliveira, J. C. M.; Silva, E. *50º Congresso Brasileiro de Química*. 2010.