

V CONGRESSO BRASILEIRO DE METROLOGIA
Metrologia para a competitividade em áreas estratégicas
9 a 13 de novembro de 2009. Salvador, Bahia – Brasil.

IN-CALC: UM SOFTWARE PARA O PROCESSAMENTO DE DADOS E ESTIMATIVA DE INCERTEZA EM ANÁLISES VIA ESPECTROMETRIA ATÔMICA

Fabiano Barbieri Gonzaga, Thiago de Oliveira Araújo

Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro
Diretoria de Metrologia Científica e Industrial – Dimci
Divisão de Metrologia Química – Dquim / Laboratório de Eletroquímica – Label
Av. Nossa Senhora das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias, RJ
fbgonzaga@inmetro.gov.br

Sumário: O presente trabalho descreve o desenvolvimento de um software que realiza, dentre outras funções, construção de curvas de calibração, determinação das concentrações das amostras (com estimativa de incertezas) e a geração de relatórios impressos a partir de dados gerados via espectrometria atômica. O software já vem sendo utilizado pelo Inmetro/Dimci/Dquim/Labin.

Palavras-chave: software, cálculo de incerteza, espectrometria atômica.

1. INTRODUÇÃO

Em Química Analítica aplicada à Metrologia, é muito importante a obtenção de resultados exatos e precisos, com confiabilidade e rastreabilidade metrológica, além de estimar e expressar, de forma correta, suas respectivas incertezas. Tais parâmetros constam em relatórios de calibração e certificados de materiais de referência (MRC) fornecidos por órgãos acreditados e Institutos de Metrologia, os quais deveriam, a princípio, possuir um sistema de controle da qualidade implementado, de forma a garantir a validação de métodos de análise, resultados e cálculos [1].

O processamento de dados em análises via espectrometria atômica envolve uma grande gama de variáveis, como: número de padrões de análise, amostras desconhecidas e amostras de controle, número de diluições e número de leituras espectrais; além de uma grande quantidade de dados, como: massas medidas nas diversas diluições gravimétricas e intensidades de emissão/absorção espectral. Dessa forma, o processamento dos dados gerados utilizando planilhas eletrônicas normalmente requer o uso de diferentes tipos de planilhas, cada qual adequada a um formato específico dos dados de origem. Esse fato, aliado a um possível sistema de controle da qualidade que esteja implementado, leva a uma perda excessiva de tempo para a validação desse grande número de planilhas eletrônicas, além de requerer novas e constantes validações de tais planilhas a cada pequena alteração realizada nas mesmas.

2. OBJETIVO

Desenvolver um software dinâmico para o processamento de dados e cálculo da estimativa de incerteza

em análises via espectrometria atômica e avaliar o software desenvolvido em análises do Laboratório de Análise Inorgânica (Labin) da Divisão de Metrologia Química (Dquim) do Inmetro.

3. MÉTODOS

O novo software foi desenvolvido utilizando a ferramenta de programação Microsoft Visual Basic 2008 Express Edition [2].

4. RESULTADOS

Um grupo de dados de uma análise típica do Labin foi selecionado para exemplificar o uso do programa e suas funções. Trata-se da determinação de cobre em água via espectrometria de absorção atômica. As figuras a seguir mostram telas ou partes de telas do software, utilizadas para a entrada dos dados da análise, e também parte do relatório impresso gerado, contendo os resultados.

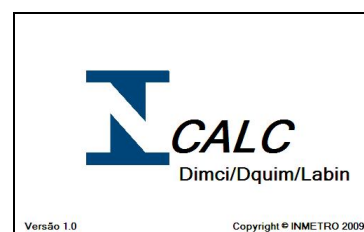


Figura 1 – Tela inicial do novo software.

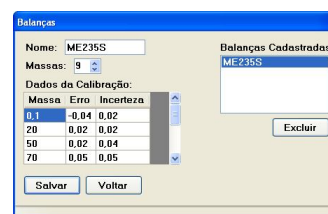


Figura 2 – Tela para cadastro de balanças e seus respectivos dados de calibração.



Figura 3 – Tela de entrada das informações iniciais da análise.

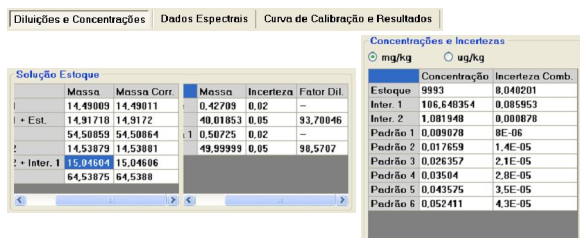


Figura 4 – Parte da tela de entrada dos dados das diluições gravimétricas.

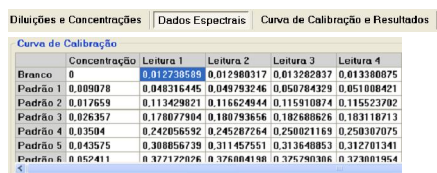


Figura 5 – Parte da tela de entrada dos dados espectrais.



Figura 6 – Parte da tela de exibição dos resultados, mostrando em detalhes a curva de calibração obtida.

RELATÓRIO DE ANÁLISE Dimic/Dquim/Labin

Identificação: Teste
Usuário: Fabiano
Data: 11/03/2009

Amostra	Média Corr.	Incert. Exp. (k=2)
Amostra 1	1,977	0,034
Amostra 2	1,846	0,016
Amostra 3	1,841	0,03
Amostra 4	1,865	0,016

Resultado Final:
1,883 ± 0,025 mg/kg

Figura 7 – Detalhes de parte do relatório impresso gerado pelo software, contendo os resultados da análise.

5. DISCUSSÃO

O software desenvolvido requer que pelo menos uma balança analítica esteja cadastrada no sistema para possibilitar o início de um novo arquivo. Para o cadastro de uma balança (Figura 2), o usuário precisa informar os dados resultantes de sua calibração (erros e incertezas para cada faixa de massa), os quais serão posteriormente utilizados na correção das massas referentes às diluições gravimétricas e cálculo da estimativa de incerteza de diluições e concentrações.

Ao iniciar um novo arquivo, o software solicita uma série de informações básicas relacionadas à quantidade de dados da análise (Figura 3), como: número de padrões, amostras desconhecidas e amostras de controle, número de diluições, número de leituras espectrais, informações sobre o MRC empregado no preparo dos padrões, balança utilizada nas diluições e se os erros dos resultados das medições das amostras de controle serão empregados na correção dos resultados das amostras desconhecidas.

Em seguida, o software apresenta sua tela principal, dividida em abas e contendo uma série de planilhas, onde o usuário informa os dados das diluições gravimétricas, os dados espectrais, e onde são também apresentados a curva de calibração construída (contendo barras de desvio e regressão linear) e os resultados da análise (figuras 4 a 6). O software é dinâmico, pois o tamanho e a quantidade das planilhas geradas dependem das informações iniciais fornecidas pelo usuário. Além disso, os valores de massa digitados pelo usuário são automaticamente corrigidos de acordo com os erros informados no certificado da balança, considerando a faixa de massa em questão, e, caso o usuário utilize amostras de controle, os resultados das amostras desconhecidas podem ser corrigidos através do erro médio dos resultados das amostras de controle.

O cálculo das incertezas dos resultados das medições envolve a combinação da incerteza do MRC, das incertezas de diluição, da incerteza associada à curva de calibração e da incerteza associada à repetitividade do equipamento. A validação dos resultados obtidos pelo software foi feita por comparação com os resultados obtidos realizando-se os mesmos cálculos manualmente [3,4].

Após o fim da análise, o usuário tem a opção de salvar o arquivo em formato texto (posterior abertura dos dados em outros softwares), contendo todos os dados e resultados da análise, e/ou gerar um relatório a ser impresso, contendo os principais resultados da análise (Figura 7).

Uma importante característica do software, a qual contribui para a manutenção do sistema de controle da qualidade, é a validação interna de cada dado digitado pelo usuário. O software impede, por exemplo, a digitação de texto num campo numérico, de mais de um separador decimal num único número ou de separadores decimais diferentes (converte automaticamente ponto em vírgula), de valores de massas incompatíveis (massa anterior à diluição maior do que massa após a diluição), e a digitação de valores de massas ou de intensidades de absorção/emissão negativos, tornando, assim, menos provável a inserção de dados incorretos.

6. CONCLUSÃO

O software para o processamento de dados e cálculo da estimativa de incerteza em análises via espectrometria atômica foi inteiramente desenvolvido utilizando uma ferramenta de programação gratuita e disponível na internet [5].

O software, cujas características foram descritas, vem sendo utilizado e avaliado pelo Labin, em substituição ao uso de uma série de planilhas de cálculos, contribuindo para a manutenção do sistema de controle da qualidade do Inmetro.

Pretende-se registrar e distribuir o novo software desenvolvido, a fim de que laboratórios acreditados possam fazer uso do mesmo, contribuindo para a confiabilidade dos cálculos de incerteza no país.

Em futuras versões do software, pretende-se incluir a possibilidade de processamento de dados de análises baseadas em curvas de adição de padrão e que utilizem padronização interna.

AGRADECIMENTOS

Ao Inmetro pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- [1] Norma NBR ISO/IEC 17025, ABNT, 2005.
- [2] Petroustos, E., Mastering Microsoft Visual Basic 2008, Sybex, 2008.
- [3] Guia para a Expressão da Incerteza de Medição, ABNT/Inmetro, 2003.
- [4] EURACHEM/CITAC Quantifying Uncertainty in Analytical Measurements, Second Edition, 2000.
- [5] <http://www.microsoft.com/express/download/>, em 10/03/2009.