

Técnicas de Medidas e Tratamento de Dados Experimentais

A interpretação e análise dos resultados são feitas a partir do levantamento e registro dos dados. Para isso, precisamos estar atentos a alguns elementos que são também muito importantes para a apresentação de um trabalho, quais sejam: tabelas, unidades, Algarismos significativos, erros e notação científica.

Tabelas:

O primeiro passo é dar à tabela um título que seja uma síntese do seu conteúdo. No corpo dela devem ser indicados os seus componentes.

Um exemplo é colocado a seguir:

Tabela 1: Teor de vitamina C em algumas frutas (100g)

Fruta	Teor de vitamina C (mg)
Abacaxi	27,20
Banana	16*
Goiaba	183,50
Laranja	57*
Laranja lima	29,10
Limão	53,00
Mamão	79*
Manga	27,70
Melão	94*
Morango	64*
Pêssego	26,80
Tangerina	42*

*Tabela Brasileira de Composição de Alimentos – TACO

Fonte: Tabela Brasileira de Composição de alimentos/NEPA-UNICAMP-Campinas, 2004.

Unidades:

É preciso prestar especial atenção às unidades. O sistema mais utilizado atualmente pelos cientistas é o chamado *Sistema Internacional*, abreviado por SI. Um resultado experimental deve ser expresso através de Algarismos e unidades. Os Algarismos indicam o erro ou incerteza de um resultado, enquanto que as unidades especificam o que está sendo medido.

Arredondamento: em uma operação que envolva muitas medidas ou cálculos, recomenda-se fazer o arredondamento apenas no resultado final.

A redução do número de dígitos de um número por arredondamento obedece às seguintes regras:

1) Se o dígito a ser eliminado é maior do que 5, o dígito precedente é aumentado de uma unidade. Ex: 25,57 é arredondado para 25,6.

2) Se o dígito a ser eliminado é menor do que 5, o dígito precedente é mantido. Ex: 25,54 é arredondado para 25,5.

3) Se o dígito a ser eliminado é igual a 5, o arredondamento será feito para se obter um número par. Ex: 25,75 é arredondado para 25,8 e 25,65 será arredondado para 25,6.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA N° 4

Notação Científica: Na utilização das unidades de medidas para números muito pequenos, será muito importante adotar a *Notação Científica*. Suponhamos que você esteja efetuando uma medida de algum elemento observado ao microscópio, obtendo 25 μm , isto é, 25 micrômetros. Quanto vale essa medida em metros?

$$25 \mu\text{m} = 0,000025 \text{ m}$$

Exatamente por ser muito pequeno, esse número dá trabalho para ser escrito em unidades do SI. Ele pode ser representado por $2,5 \times 10^{-5} \text{ m}$.

Suponhamos agora que o valor da energia de uma transição eletrônica seja 358.000 J/mol. Esse número pode também ser representado por $E = 358 \times 10^3 \text{ J/mol}$ ou $E = 358 \text{ KJ/mol}$.

Para números muito grandes ou muito pequenos, mais importante que conhecê-los com precisão, é saber a sua ordem de grandeza, isto é, a potência de dez mais próxima de seu valor real.

Erros:

A diferença entre o valor obtido experimentalmente e o valor verdadeiro da grandeza é chamada **erro**. De acordo com sua natureza, os erros podem ser classificados em 2 classes:

- Erros Sistemáticos ou Determinados: são erros que em princípio pode-se "aliviá-los nas medidas", ou seja, eliminá-los ou aplicar fatores de correção, desde que constantes. Entre os erros sistemáticos mais comuns temos: erros instrumentais, erros devido à presença de impurezas, erros de operação, erros pessoais, etc.
- Erros Casuais ou Indeterminados ou Acidentais: são erros devido a variações ao acaso, de causas não conhecidas exatamente, em geral irregulares e pequenas e de difícil controle do operador, como: umidade, temperatura, iluminação, pureza dos reagentes, etc.

Precisão e Exatidão:

Quando se repete certa medida, não se obtém, em geral, o mesmo resultado, pois cada ato de medida está sujeito a erros experimentais. Os valores obtidos diferem ligeiramente uns dos outros.

A **precisão** da medida refere-se ao grau de concordância dos resultados individuais dentro de uma série de medidas (reprodutibilidade da medida). A **exatidão** refere-se ao grau de concordância do valor experimental com o valor verdadeiro (fidelidade da medida). Para indicar a precisão de um número medido (ou dos cálculos sobre os números medidos) utiliza-se o conceito de **algarismos significativos**. Os algarismos significativos são os algarismos no valor de uma medida (ou no resultado de cálculos com valores de medidas) que incluem todos os algarismos exatos mais o algarismo seguinte, que tem uma incerteza na medida.

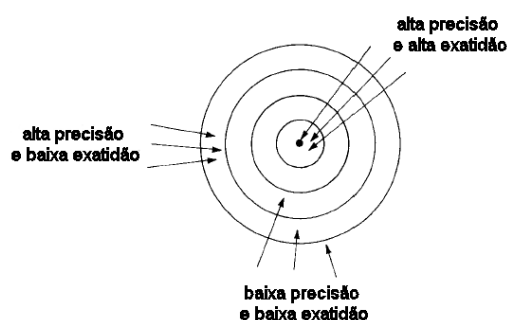


Figura 4.1. Precisão x exatidão.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 4

Podemos elevar a precisão de uma medida aumentando o número de determinações (a média de várias determinações merece mais confiança do que uma só determinação), enquanto a exatidão só pode ser alcançada, eliminando-se os erros sistemáticos.

A notação por Algarismos Significativos possui uma limitação. Ao anotar uma medida com quatro algarismos significativos, sabemos que o último é duvidoso, mas não sabemos em qual extensão ele o é. Por exemplo, a medida 25,52 poderia ser expressa como $25,52 \pm 0,01$; $25,52 \pm 0,02$; $25,52 \pm 0,03$; etc. O número que vem depois do sinal é denominado **desvio avaliado ou erro absoluto**, e por convenção corresponde à *menor divisão da escala do instrumento de medida dividida por dois*. Em instrumentos digitais, o desvio é a própria sensibilidade do instrumento. Por exemplo, no caso de uma medida realizada numa balança digital de sensibilidade igual a 0,01g, a massa medida foi de 5,35g. Portanto, a forma correta de anotar este resultado é $(5,35 \pm 0,01)g$.

Quando o valor contendo o desvio avaliado é anotado, por exemplo, $25,52 \pm 0,01$, estamos fornecendo mais informações para o leitor do que anotando simplesmente o valor observado (25,52), pois se leva em consideração a precisão do instrumento de medida.

Estimativa dos Erros Experimentais:

Em geral, é difícil avaliar a exatidão de uma medida. Naturalmente, se conhecermos o valor verdadeiro (ou valor aceito ou valor teórico), poderemos calcular facilmente o erro, que geralmente é expresso em porcentagem.

$$\text{Erro percentual ou erro relativo} = \frac{\text{valor experimental} - \text{valor teórico}}{\text{valor teórico}} \times 100$$

Se o valor teórico não for conhecido, deve-se medir várias vezes e por diferentes métodos a mesma grandeza, para se ter uma idéia da exatidão. A reprodutibilidade de uma medida usando sempre o mesmo método permite avaliar a precisão da mesma. Por meio de tratamento estatístico adequado dos resultados calcula-se o chamado desvio padrão das medidas.

Representação dos dados Experimentais:

Partindo-se do princípio de que todos os resultados foram obtidos, resta-nos trabalhar os dados, lançando-os em gráficos, relacionando-os por meio de equações matemáticas, comparando-os com valores teóricos conhecidos, dando, de maneira justa e clara, uma forma final para a atividade. Os gráficos apresentam muitas vezes vantagens, exibindo pontos de máxima, de mínima, inflexões ou outras características que podem passar despercebidas nas equações e nas tabelas. O traçado de um gráfico deve observar os seguintes detalhes:

- a) Escolha apropriada das escalas, tanto das ordenadas quanto das abcissas, de modo que a figura fique bem distribuída e os pontos possam ser facilmente localizados. Quando o valor inicial de uma medida for alto quando comparado ao acréscimo que cada um de seus valores sofrerá na seqüência, o gráfico pode começar "quebrado" no eixo em que a variável for lançada.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 4

- b) As escalas devem trazer a identificação da variável, juntamente com suas unidades correspondentes. Deve-se colocar na abscissa (eixo x) a variável independente, acompanhada de sua unidade, e na ordenada (eixo y), a variável dependente e sua unidade.
- c) A curva deve passar o mais próximo possível de todos os pontos constantes no gráfico, sendo desnecessário que ela passe por todos eles. Uma vez localizado o ponto no gráfico, costuma-se fazer um círculo em volta do mesmo, a fim de que não seja esquecido ao se traçar a curva. Um exemplo de gráfico é mostrado na Figura 2.2.

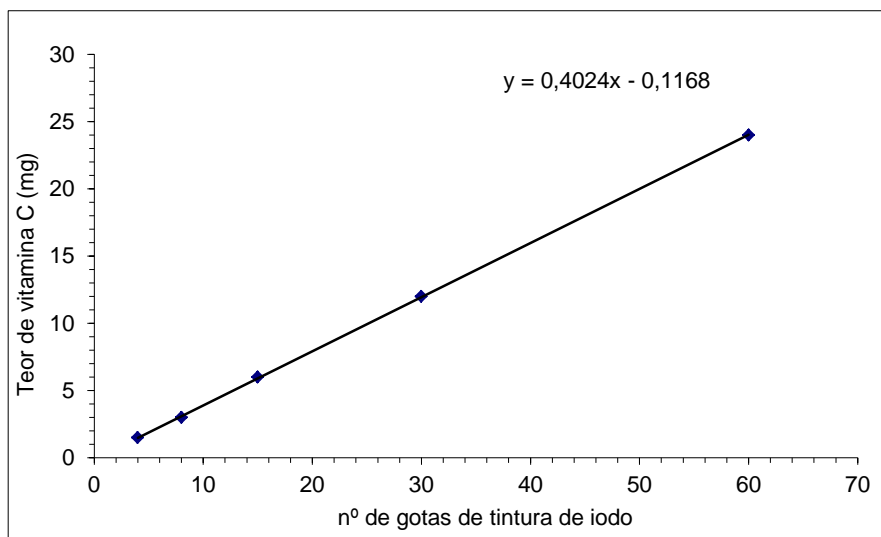


Figura 4.2. Curva de calibração para análise de vitamina C.

As anotações obtidas dos experimentos poderão permitir uma análise qualitativa ou quantitativa. Por exemplo, colocando-se em contato determinadas substâncias, algumas das manifestações esperadas numa reação química poderão ser observadas:

- eliminação de um gás;
- formação de um precipitado;
- mudança de cor e aspecto;
- absorção ou liberação de energia.

Essas manifestações são apenas qualitativas; sabe-se que a reação química aconteceu se uma ou mais de uma dessas manifestações aconteceu.

Quando, entretanto, o experimento envolver a coleta de dados numéricos, caracteriza-se uma análise quantitativa, neste caso alguns passos deverão ser cumpridos para que a análise e conclusão possam ser executadas satisfatoriamente.

PARTE EXPERIMENTAL

Objetivos: Reconhecer os principais equipamentos e vidrarias de uso corrente em laboratório químico, bem como a maneira correta de empregá-los. Utilizar a notação

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 4

científica para expressar as medidas determinadas corretamente.

Materiais e reagentes: funil de vidro, papel de filtro, suporte universal, anel ou argola, 2 béqueres de 100 mL, 1 béquer de 25 mL; 1 béquer de 50 mL bastão de vidro, bureta de 25 mL, suporte para bureta, erlenmeyer de 100 mL, balança, vidro de relógio, espátula, proveta de 25 mL, pipeta volumétrica de 10 mL, balão volumétrico de 25 mL, pipeta graduada de 10 mL, pêra de borracha, líquido X (etanol), giz (4 unidades por bancada), gral e pistilo, piseta, estante com tubos de ensaio, balança semi-analítica (ordem de grandeza 0,01g).

Procedimentos:

1) Medidas de volume e utilização da pêra:

Esquema de utilização de uma pêra de borracha:

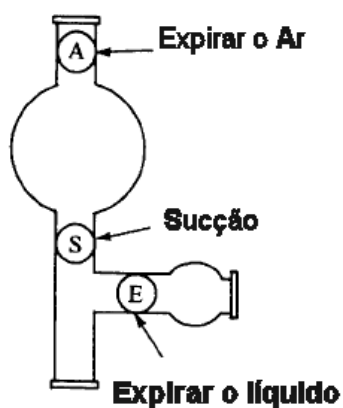


Figura 4.3. Conhecendo a pera de borracha

Leitura do menisco

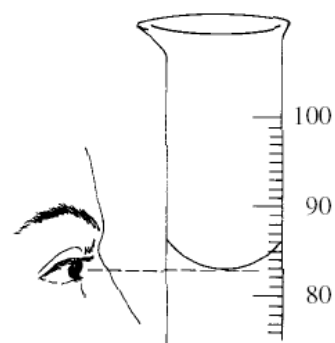


Figura 4.4. Como proceder para a leitura do menisco

***OBS:** Para realizar as medidas de volume não se esqueça de verificar o **menisco**.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 4

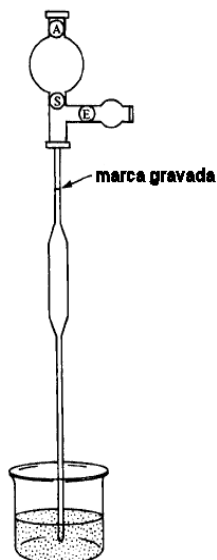


Figura 4.5. Usando a pera de boracha para pipetar um líquido.

- Com o auxílio de uma pipeta graduada e de uma pêra, meça 10 mL de água destilada contida no béquer e transfira para um erlenmeyer de volume apropriado.
- Meça o volume contido no erlenmeyer preparado na letra **a** utilizando uma pipeta volumétrica. Compare os resultados obtidos. Eles são coincidentes?
- Utilizando uma garra, prenda uma bureta de 25 mL ou de 50 mL a um suporte universal.
- Medir a quantidade máxima de água que um tubo de ensaio pode conter utilizando um béquer, uma proveta e uma bureta. Compare os resultados obtidos. Eles são coincidentes? Por que?
- Com o auxílio de um béquer, preencha uma bureta com água destilada. Acerte o zero. Deixe escoar 12 mL de água para um erlenmeyer. Anote a capacidade, juntamente com os respectivos desvios, de cada um dos seguintes aparelhos:

1- Bureta 2- Proveta 3- Pipeta graduada.
- Meça 25 mL de água numa proveta e transfira-a quantitativamente para um balão volumétrico de 25 mL. Os resultados são coincidentes? Porque?

2) Utilização da balança para pesar sólidos:

- Utilizando um almofariz com pistilo, triture bastões de giz branco (CaSO_4) até a completa pulverização do mesmo.
- Utilizando a balança disponível e com o auxílio de um vidro de relógio e uma espátula, pese 0,300 g do giz pulverizado. Anote o valor da massa pesado, com o respectivo desvio.
- Transfira o pó de giz pesado para um béquer e adicione, com o auxílio de uma proveta, 25 mL de água destilada. Agite a mistura com um bastão de vidro.
- Guarde essa mistura para o próximo procedimento.

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA Nº 4

e) Classifique essa mistura como homogênea ou heterogênea.

3) Realizando uma filtração simples: processo de separação de uma mistura heterogênea sólido-líquido.

a) Faça uma montagem para a realização de uma filtração simples utilizando o seguinte material: suporte universal, anel ou argola, funil de haste longa, papel de filtro dobrado corretamente e béquero.

b) Filtre a mistura de CaSO_4 e água preparada anteriormente.

c) Liste o material necessário para a realização de uma filtração a vácuo e explique qual a vantagem de sua utilização.

4) Determinação da densidade de uma solução desconhecida.

a) Medir a massa de dois béqueres de 100 mL. Numerar e anotar corretamente as massas. Adicionar a um deles 10 mL de um líquido desconhecido (X) medido com uma pipeta graduada e no outro adicionar 10 mL do líquido medido no próprio béquero. Usando a tabela abaixo, tente identificar o líquido em termos de sua densidade. Relacionar sua identificação com a precisão dos aparelhos utilizados nas suas medidas. Sugira outras propriedades físicas que possam ser utilizadas para a identificação do líquido.

Tabela 2. Propriedades físicas de algumas substâncias.

Substância	Temperatura de fusão / °C	Temperatura de ebulição / °C	Solubilidade em água	Densidade / g mL^{-1}
acetona	-95	56	solúvel	0,79
tetracloreto de carbono	-23	76,5	insolúvel	1,59
etanol	-112	78	solúvel	0,79
água	0	100	-----	1,00
benzeno	5,5	80,1	insolúvel	0,88

Questões:

1) Qual é a sensibilidade e o desvio avaliado de uma régua, cuja menor divisão é 0,1 cm?

2) Entre as medidas abaixo, qual é a mais precisa e a menos precisa? Justifique sua resposta. a) $(2,5 \pm 0,1)$ mL b) $(3,00 \pm 0,01)$ mL c) $(1,8 \pm 0,5)$ mL

3) Todos os aparelhos abaixo relacionados possuem capacidade para medir 50 mL: pipeta graduada, cuja sensibilidade é 0,1 mL; pipeta volumétrica; bureta cuja menor graduação é 0,1 mL; proveta, cujo desvio avaliado é 0,5 mL; e béquero, cuja menor divisão é 5 mL. Qual(is) instrumento(s) sugerido(s) poderia(m) ser usado(s) para medir:

- a) 10,0 mL
- b) 20,00 mL
- c) 25,000 mL

LABORATÓRIO DE FUNDAMENTOS DE QUÍMICA AULA N° 4

Referências Bibliográficas:

- 1- A.M.P. Felicíssimo, et al, *Experiências em Química, Técnicas e Conceitos Básicos - PEQ*, Editora Moderna Ltda, São Paulo, 1979, p. 6-28.
- 2- J. B. Russel, *Química Geral*, 2^a Ed., Makron Books, São Paulo, 1994.
- 3- O. A. Ohlweiler, *Química Analítica Quantitativa*, 3^a Edição, Livros Técnicos e Científicos Editora, São Paulo, **1987**.
- 5- F. Leite, *Validação em Análise Química*, 3^a edição, Editora Átomo, Campinas - SP, 1998, p.37-38.
- 6- M. H. S. De Souza, W. Spinelli, *Guia Prático para Cursos de Laboratório*, 1^a edição, Editora Scipione, São Paulo - SP, 1997.
- 7- T. L. Brown, H. E. J. Lemay, B. E. Bursten, *Química – A Ciência Central*, 9^a edição, Pearson Prentice Hall, São Paulo, 2005.
- 8- F.A. Betthelein, J.M. Landsberg, *Laboratory Experiments for General, Organic and Biochemistry*, Fourth edition, Hartcourt College, 2000.