

# Experiência 1: ALGARISMOS SIGNIFICATIVOS, MEDIDAS E TRATAMENTO DE DADOS: Calibração de Equipamentos Volumétricos.

## 1. Objetivos

Efetuar medidas de temperatura, de massa e de volume e posteriormente realizar o tratamento estatístico das medidas obtidas experimentalmente.

## 2. Questões de estudo

- Todos os equipamentos de medição de volume, de massa e de temperatura são iguais?
- Como podemos confiar nos dados que obtemos experimentalmente?

## 3. Introdução

Em geral, os alunos ingressantes no Ensino Superior não tiveram a oportunidade de realizar atividades experimentais de Química durante o Ensino Médio. Sendo a Química uma ciência teórico-experimental, é importante que o aluno ingressante deste curso, inicie a disciplina de Introdução ao Laboratório de Química realizando experimentos sobre medidas e tratamentos de dados. A validade dos dados obtidos experimentalmente dependerá do esforço da equipe para realizar medidas precisas, mediante a utilização de equipamentos previamente calibrados.

Para interpretar e analisar os resultados deve-se fazer corretamente o levantamento e o registro dos dados. Para isso, precisamos estar atentos a alguns elementos, tais como: as unidades, algarismos significativos, erros e notação científica.

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.

Medidas de massa, de volume e de temperatura, por exemplo, são realizadas utilizando balanças, equipamentos volumétricos (bureta, proveta, etc.) e termômetros, respectivamente. Os equipamentos disponíveis no laboratório podem diferenciar entre si no grau de precisão, um fator que deverá ser observado.

Para expressar a precisão das medidas obtidas experimentalmente são utilizados *algarismos significativos*. Na **Tabela 1**, são apresentadas diferentes medidas e embora o último dígito seja estimado e considerado duvidoso, ele ainda é significativo para a medida.

**Tabela 1.** Algarismos significativos de algumas medidas.

Medida	Número de algarismos significativos
2,5620 g	5
3,891 mL	4
25,5 °C	3

Algumas medidas podem ser obtidas com números muito grandes ou demasiadamente pequenos para serem escritos na forma convencional, sendo mais bem expressos na forma de notação científica. Na **Tabela 2**, são apresentados a notação científica e o número de algarismos significativos para algumas medidas de massa.

**Tabela 2.** Notação científica e algarismos significativos para medidas de massa.

Medida	Notação científica	Número de algarismos significativos
0,00235 g	$2,35 \times 10^{-3}$ g	3
0,25 g	$25 \times 10^{-1}$ g	2
20,010 g	$2,0010 \times 10^1$ g	5
20,01 g	$2,001 \times 10^1$ g	4

Os dados apresentados na **Tabela 2** foram obtidos em balanças que diferem na precisão das medidas. Desta forma, para uma maior confiança nas medidas realizadas, os instrumentos devem ser calibrados.

Algumas vezes as unidades de medida são expressas por múltiplos (**Tabela 3**).

**Tabela 3.** Múltiplos de unidades de medida.

Nome	Símbolo	Unidade
mega	M	$10^6$
quilo	k	$10^3$
deci	d	$10^{-1}$
centi	c	$10^{-2}$
mili	m	$10^{-3}$
micro	$\mu$	$10^{-6}$
nano	n	$10^{-9}$
angstrom	Å	$10^{-10}$
pico	p	$10^{-12}$

Por exemplo, o quilograma que é uma unidade de massa bastante conhecida, deve ser representado por k seguido de g [kg]. É importante lembrar que o k é minúsculo.

**Exercício 1.** Complete as lacunas corretamente:

- i) 4 cm corresponde a \_\_\_\_\_ m
- ii) 10 nm corresponde a \_\_\_\_\_ m
- iii) 2 mL corresponde a \_\_\_\_\_ L

### 3.1. Algarismos significativos

Quando especificamos vinte pessoas em uma sala de aula ou nos referimos a uma dúzia de ovos, temos a certeza de que são números exatos, ou seja, não existe dúvida com relação a estas grandezas. Entretanto, se tivermos diferentes medidas de

uma mesma grandeza, os valores podem ser diferentes e devem ser representados por um valor médio.

Para determinar a temperatura, lendo diretamente no termômetro ilustrado na **Figura 1**, poderíamos anotar 25,6 ou 25,7 °C



**Figura 1.** Ilustração de temperatura em um termômetro com escala de 1,0 °C.

Na tentativa de medir a temperatura com precisão de até uma casa depois da vírgula, é necessário realizar a estimativa do último algarismo. Tem-se a certeza de que a temperatura é maior do que 25 °C e menor do que 26 °C, ou seja, o último algarismo da medida é duvidoso. O valor da temperatura medida com este termômetro possui 3 algarismos significativos, sendo os dois primeiros algarismos não duvidosos e o último é considerado um algarismo duvidoso.

Quando se utiliza um termômetro com estas especificações não se deve acrescentar um quarto algarismo a 25,6 °C, como por exemplo, 25,63 °C. Se o algarismo 6 já é duvidoso não faz sentido incluir mais o algarismo 3.

Com um termômetro mais preciso podem ser obtidas medidas com um número maior de algarismos significativos. O termômetro apresentado na **Figura 2** possui divisões de 0,1 °C, podendo-se obter o valor da temperatura com 4 algarismos significativos.



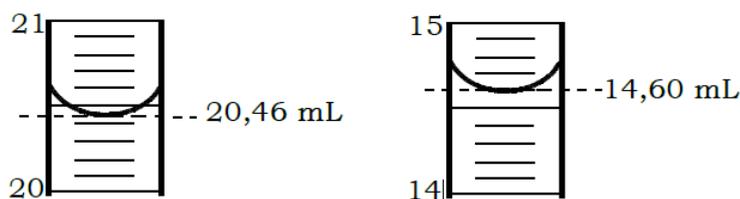
**Figura 2.** Ilustração de temperatura em um termômetro com escala de 0,1 °C.

A partir da temperatura apresentada na **Figura 2**, pode-se determinar a temperatura de 25,78 °C ou 25,79 °C, sendo o último algarismo destas medidas o algarismo duvidoso.

Na leitura do volume de água em uma proveta ou em uma bureta, observa-se que a superfície da água não é plana e forma um *menisco*. Deve-se sempre ler o ponto mais baixo do menisco quando se tratar de água ou de solução aquosa.

Os valores das medidas da **Figura 3** são 20,46 mL e 14,60 mL, respectivamente. Observe que o algarismo zero da medida 14,60 deve ser escrito. Ao escrever somente 14,6 mL, indicamos que o valor da medida está entre 14,5 e 14,7 mL. Por outro lado, 14,60 significa um valor entre 14,59 e 14,61 ou entre 14,58 e 14,62, dependendo do

*desvio médio* nas medidas realizadas. Note também, que escrever a unidade de medida é tão importante quanto anotar um número.



**Figura 3.** Ilustração da leitura correta do volume através do menisco.

O melhor valor para representar uma medida é a média aritmética dos valores medidos, por exemplo:

20,46 mL	O desvio de cada medida será:	
20,42 mL		$  20,46 - 20,46   = 0,00$
20,45 mL		$  20,42 - 20,46   = 0,04$
20,48 mL		$  20,45 - 20,46   = 0,01$
<u>20,48 mL</u>		$  20,48 - 20,46   = 0,02$
Média 20,46 mL		$  20,48 - 20,46   = \underline{0,02}$
		Média dos desvios = 0,02

Portanto, o desvio médio é de 0,02 e o valor da medida é:  $20,46 \pm 0,02$  mL.

Algumas observações adicionais:

a) *Os valores a seguir que representam medidas de volume, possuem:*

- i) 22,48 mL → 4 algarismos significativos
- ii) 210,34 mL → 5 algarismos significativos
- iii) 1,0 L → 2 algarismos significativos

b) *Com relação ao algarismo zero, deve ser observado que:*

• Quando está entre dois outros dígitos é um algarismo significativo

- i) 1107 → 4 algarismos significativos
- ii) 50.002 → 5 algarismos significativos

• Quando precede o primeiro algarismo diferente de zero, não é significativo

- i) 0,000163 ou  $1,63 \times 10^{-4}$  → 3 algarismos significativos
- ii) 0,06801 ou  $6,801 \times 10^{-2}$  → 4 algarismos significativos

- Quando se encontra no final de um número é significativo

- i) 0,0200 → 3 algarismos significativos
- ii) 0,040120 → 5 algarismos significativos

### 3.1.1. Operações com algarismos significativos

- Na multiplicação ou divisão mantenha o número de algarismos significativos da medida que tiver menor número de algarismos significativos.

**Exemplo:**  $25,2 \text{ cm} \times 3.192 \text{ cm} = 80.438,4 \text{ cm}^2 = 8,04 \times 10^4 \text{ cm}^2$

- Na adição ou subtração o número de dígitos à direita da vírgula, no resultado deve ser igual ao do número com menos dígitos dos números somados ou subtraídos.

**Exemplo:**  $(35,271) + (11,30) + (102,1920) = 148,7630 = \mathbf{148,76}$

### 3.2. Arredondamento de números

Em diversas oportunidades deseja-se eliminar algarismos de menos significância, expressando determinados números com um menor número de algarismos significativos. Para efetuarmos o arredondamento devemos seguir algumas regras:

- Se o algarismo a ser eliminado for maior ou igual a cinco, acrescentamos uma unidade ao primeiro algarismo que está situado à sua esquerda.
- Se o algarismo a ser eliminado for menor que cinco, devemos manter inalterado o algarismo da esquerda.

#### **Exemplos:**

- a) 9,756 → o número a ser eliminado é o 6, então somamos à casa da esquerda uma unidade e o número pode ser escrito da seguinte maneira: 9,76
- b) 10,261 → o algarismo eliminado será o 1 e não devemos modificar o numeral da esquerda. Portanto o número deverá ser escrito assim: 10,26

- No caso de o último algarismo ser o 5, procede-se conforme os exemplos:

- i)  $105,85 = 105,8$  (8 é par, o algarismo 5 simplesmente cai).
- ii)  $24,315 = 24,32$  (1 é ímpar, aumenta 1 passando para 2).

#### **Exercício.** Calcule corretamente:

**i)**  $56,3 \times 10,22 =$

**iii)**  $4,78 \times 0,0453 =$

**ii)**  $42,175 + 32,8 =$

**iv)**  $34,5 + 5,72 \times 2,4 =$

### 3.3. Precisão e Exatidão

Para comprovar as teorias e leis os cientistas dependem da realização de experimentos. A confiança dos resultados obtidos experimentalmente estão em geral, ligados ao quão exatos e precisos são os equipamentos de medir volume, temperatura, massa, entre outros, utilizados na obtenção dos dados. Apesar de parecerem sinônimos, a exatidão e a precisão são termos distintos.

**EXATIDÃO:** refere-se à tão próximo uma medida concorda com o valor “correto” (ou mais correto), ou seja, aceito na literatura como valor padrão.

**PRECISÃO:** refere-se à tão próximo diversos valores de uma medida estão entre si, ou seja, quanto menor seja o desvio médio, maior será a precisão na medida.

O ideal seria que as medidas sejam exatas e precisas. Medidas podem ser precisas e não serem exatas devido a algum erro sistemático que é incrementado a cada medida. A média de várias determinações é geralmente considerada o melhor valor para uma medida do que uma única determinação.

### 4. Questões de pré-laboratório

1. Quantos algarismos significativos existem em cada uma das medidas:

- |               |                                    |
|---------------|------------------------------------|
| (a) 212,9 cm  | (d) $4,021 \times 10^{-3}$ m       |
| (b) 540.31 m  | (e) $5,10 \times 10^{18}$ átomos   |
| (c) 0,02009 g | (f) $4,1 \times 10^{22}$ moléculas |

2. Arredonde os seguintes números de forma que fiquem com três algarismos significativos:

- |                             |             |
|-----------------------------|-------------|
| (a) 8100,402                | (d) 14010,2 |
| (b) 0,501070                | (e) 135200  |
| (c) $2,3001 \times 10^{-5}$ | (f) 0,40455 |

3. Faça os cálculos abaixo e escreva a resposta com o número correto de algarismos significativos:

- |  |                                 |
|--|---------------------------------|
| (a) $821 \times 250$                               | (d) $8.119 \times 0,23$         |
| (b) $(5,603 \times 10^3) \times (7,2 \times 10^3)$ | (e) $14,098 + 27,340 + 84,7593$ |
| (c) $3928,0/22,10$                                 | (f) $42,07 + 0,259/28,4445$     |

4. Um técnico de laboratório de Química determinou a temperatura de ebulição de um determinado solvente, obtendo os seguintes valores: 42,50; 41,10; 40,20; 42,25; 39,85; 40,70 e 40,00 °C. Qual é a média e o desvio dessas medidas? Com quantos algarismos significativos deve ser representada a média da temperatura? Justifique a resposta.

## 5. Procedimentos experimentais

### A – Medidas de massa

1. Considere três objetos que se encontram em sua bancada:

- uma rolha de borracha,
- um cadinho de porcelana e
- uma rolha de vidro.

O professor e/ou o monitor lhe ensinará como utilizar a(s) balança(s) disponível(eis) no laboratório, mas utilize sempre a mesma balança nas pesagens. Antes de pesá-los, pegue cada objeto e tente estimar o mais pesado e o mais leve. Em seguida, utilizando uma balança, pese cada um destes objetos.

Objeto	Massa estimada (g)	Massa determinada na balança (g)
Rolha de borracha		
Cadinho		
Rolha de vidro		

2. Inicialmente, pese um béquer pequeno. Em seguida adicione, com um conta-gotas ou pipeta de Pasteur, 30 gotas de água destilada ao béquer e pese o conjunto.

*Obs.1: O objetivo deste procedimento é encontrar o número aproximado de gotas em um mililitro e o volume de uma gota de água.*

Massa do béquer (g)	Massa do béquer com 30 gotas de água (g)	Massa das 30 gotas de água (g)

*Obs.2: Utilizando este procedimento experimental, qual o volume de cada gota? Apresente os cálculos no item resultados e discussão do relatório.*

### B - Medidas de temperatura

1. Coloque água de torneira em um béquer, até aproximadamente  $\frac{2}{3}$  do seu volume e meça a temperatura utilizando um termômetro. Obtenha o valor da temperatura com o número máximo possível de algarismos significativos. Durante a medida mantenha o bulbo do termômetro totalmente imerso na água, sem tocar o vidro. Realize 3 medidas.

Temperatura: \_\_\_\_\_

2. Em um béquer, coloque certa quantidade de gelo picado e em seguida adicione um pouco de água. Agite esta mistura com um bastão de vidro e determine a temperatura. Realize 3 medidas.

Temperatura: \_\_\_\_\_

3. Adicione 4 colheres de cloreto de sódio ao béquer com água e gelo, agite com o bastão de vidro e anote a temperatura quando esta permanecer constante. Novamente realize 3 medidas.

Temperatura: \_\_\_\_\_

**Obs.3:** Note que a água continua líquida a uma temperatura menor que zero grau ( $0^{\circ}\text{C}$ ). Não se esqueça de colocar o sinal negativo para temperaturas abaixo de zero.

**Obs.4:** Apresente e explique no item resultados e discussão no relatório, o resultado deste procedimento experimental.

## C - Medidas de volume e a calibrações de equipamentos volumétricos

### 1. Determinando a densidade da água com um picnômetro

a) Em um béquer de 250,0 mL limpo, coloque aproximadamente 150,0 mL de água destilada. Aguarde até a água atingir o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente e, com o auxílio de um termômetro meça e anote a temperatura da água.

b) Pese cuidadosamente e anote a massa do picnômetro vazio e seco.

c) Complete o picnômetro com água destilada do béquer. Tampe-o de maneira que o excesso de água escorra pelo capilar. Verifique há bolhas de ar aprisionadas no interior do picnômetro. Se isso ocorreu, remova-as e preencha-o novamente.

d) Coloque o picnômetro preenchido dentro do béquer contendo o restante da água destilada, evitando que o nível de água do béquer atinja a tampa do picnômetro. Aguarde 15 minutos para que se atinja o equilíbrio térmico. Verifique e anote novamente a temperatura da água no béquer.

e) Com um pano ou papel poroso, enxugue o líquido presente na parte externa do picnômetro. Pese-o com a água e anote a massa.

f) Repita a pesagem mais duas vezes retirando o picnômetro da balança a cada pesagem.

**Obs.5:** Procure realizar esta operação o mais delicada e rapidamente possível, para não sujar ou engordurar as paredes externas do picnômetro e para evitar que o líquido mude de temperatura com relação à ambiente.

Massa do picnômetro vazio (g)	Massa do picnômetro com água (g)	Temperatura da água ( $^{\circ}\text{C}$ )	Densidade da água ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

### 2. Calibração de proveta

a) Pese um béquer seco, em uma balança com duas casas decimais. Meça 20 mL de água da torneira com uma proveta, coloque-a no béquer e pese-o novamente.

b) Adicione, ao mesmo béquer, mais 20 mL de água e pese-o novamente. Repita este procedimento, sempre acumulando as frações de 20 mL, mais cinco vezes e anote as massas obtidas.

Massa do béquer seco: \_\_\_\_\_

Béquer + água	Massa total (g)	Massa dos 20 mL de água (g)
Béquer + 20 mL de água		
Béquer + 40 mL de água		
Béquer + 60 mL de água		
Béquer + 80 mL de água		
Béquer + 100 mL de água		

Valor médio \_\_\_\_\_

Valor do desvio \_\_\_\_\_

### 3. Calibração de pipeta volumétrica

a) Seque o béquer previamente utilizado e repita o procedimento anterior, utilizando uma pipeta volumétrica de 20 mL. Anote as massas de cada 20 mL adicionados ao béquer.

Massa do béquer seco: \_\_\_\_\_

Béquer + água	Massa total (g)	Massa dos 20 mL de água (g)
Béquer + 20 mL de água		
Béquer + 40 mL de água		
Béquer + 60 mL de água		
Béquer + 80 mL de água		
Béquer + 100 mL de água		

Valor médio \_\_\_\_\_

Valor do desvio \_\_\_\_\_

**Obs.6:** A partir dos dados experimentais que você obteve nos itens 1 e 2 (medidas de volume), utilizando uma proveta e uma pipeta volumétrica, qual dos dois equipamentos possui maior precisão? Justifique a sua resposta e leve a sua conclusão para o relatório.

### 4. Calibração de bureta

- Encha completamente uma bureta com água destilada.
- Escoe lentamente a água até tangenciar a marca zero na bureta. Certifique-se que o espaço abaixo da torneira está completo com água.
- Transfira alíquotas de 2 mL para um erlenmeyer, lendo o valor transferido na escala da bureta.
- Determine a massa do volume transferido da bureta para o erlenmeyer.
- Repetir cinco vezes o procedimento anterior, utilizando o mesmo erlenmeyer, transferindo volumes da mesma ordem.
- Determine a temperatura da água.
- Calcule os volumes escoados da bureta, a partir da massa que você determinou experimentalmente. Consulte um "Handbook" para obter a densidade da água na temperatura do experimento.

Massa do erlenmeyer vazio: \_\_\_\_\_

Volume lido (mL)	Massa total (g)	Massa da água (g)	Volume calculado (mL)

**Obs.7:** *Construa um gráfico, colocando na ordenada os valores de volume lidos diretamente na bureta e na abscissa os volumes calculados a partir da massa da alíquota e da densidade da água, na temperatura em que foi feito o experimento. Este gráfico permite a correção dos valores de volume lidos na bureta, ou seja, essa será a curva de calibração da bureta utilizada no experimento. Elabore o relatório, com o seu colega de equipe e o entregue ao monitor da disciplina no início da próxima aula. Utilize o seguinte modelo para a elaboração dos relatórios nesta disciplina.*

## 6. Anexo

Alguns utensílios comuns nos laboratórios de Química e suas utilizações.



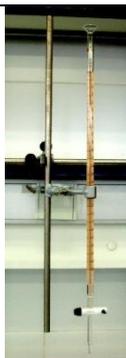
**Pipeta graduada:** É um tubo aberto nas duas extremidades e com uma escala graduada usada para a medição e transferência de (alíquotas) volumes variáveis de líquidos.



**Pipeta volumétrica:** instrumento em vidro que permite a medição e transferência rigorosa de volumes de líquidos. É um tubo longo e estreito, com uma zona central mais larga, aberto nas duas extremidades, marcado com uma linha horizontal que indica o volume exato de líquido que pode transferir.

### Termômetro

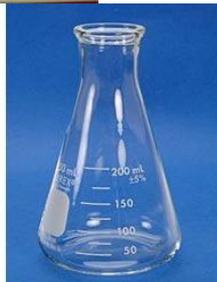
**Químico:** tubo de vidro com enchimento de Mercúrio, para realizar medições de temperatura em geral.



**Bureta:** Com escala graduada rigorosa e torneira de precisão, é utilizada para titulação de soluções e, também, para escoar volumes variáveis. É colocado na vertical com a ajuda de um suporte.



**Béquer:** recipiente simples de formato cilíndrico com fundo chato e um bico em sua parte superior. Possui graduação, entretanto oferecem medidas pouco precisas.



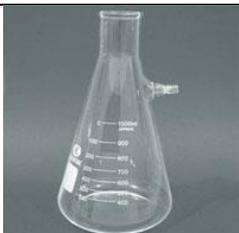
**Frasco de Erlenmeyer:** seu formato facilita a agitação do conteúdo. Utilizado em dissoluções, aquecimentos e titulações.



**Balão volumétrico:** Utilizado no preparo e diluição de soluções com volumes precisos. O menisco indica o volume final a ser medido.



**Proveta:** tubo cilíndrico com base e aberto em cima, que pode ser de plástico ou vidro. Possui medidas em toda a sua extensão e é utilizada para medição de volumes de líquidos, com baixa precisão.



**Kitassato:** constituído de um vidro espesso e um orifício lateral, normalmente usado junto com o funil de Büchner em filtrações (sob sucção) a vácuo.



**Funil de Büchner:** Usado em filtração a vácuo e deve ser acoplado a um frasco de kitassato por meio de uma borracha de vedação.



**Funil simples:** Pode ser feito de vidro ou de plástico. Utilizado para filtração (separação líquido-sólido) ou adição de líquidos.

**Pipeta de Pasteur:** utilizada para transferência de pequenos volumes, sem necessidade de precisão.



**Tubos de ensaio:** tubos de vidro usados para efetuar reações em pequena escala, como testes de reações.



**Pisseta ou frasco lavador:** utilizada para armazenar pequenas quantidades de água destilada, álcool e outros solventes. Muito usado para completar os balões e efetuar lavagem de recipientes.

