

Experimento 4 – Determinação da concentração de sacarose em refrigerantes por meio da densidade

SUMÁRIO

Neste experimento, a concentração de sacarose de amostras de refrigerante será determinada por meio de sua densidade. Para tanto, será utilizado o método da curva padrão.

OBJETIVOS

- Aperfeiçoar o uso de pipetas volumétricas
- Preparar soluções de sólido em balões volumétricos
- Determinar a densidade de soluções por medidas de massa e volumetria
- Construir uma curva padrão e utilizá-la para a determinação da concentração

ATIVIDADES PRÉ-LABORATÓRIO

1. Fluxograma do experimento
2. Estude os seguintes procedimentos e conceitos:
 - a. Transferência quantitativa de líquidos
 - b. Utilização do balão volumétrico
 - c. Método da curva padrão
 - d. Método de regressão linear

Para ser entregue no início da aula

1. Fluxograma do experimento
2. Dados da composição de refrigerantes do tipo cola, expressos em g/mL. Caso não encontre os dados nesta unidade, indique-os na unidade encontrada e também os valores convertidos na unidade de g/mL.
3. Propriedades físico-químicas da sacarose.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A - Preparo das soluções

Prepare **10 soluções padrão** de volume total 25,0 mL de sacarose em água, nas seguintes concentrações expressas em unidades de g/mL:

0 0,03 0,06 0,08 0,10 0,12 0,14 0,16 0,18 0,20

Cada solução corresponde a um ponto da curva padrão. Cada dupla de alunos deve determinar dois pontos da curva-padrão e o ponto de concentração zero (*Qual seria?*). O professor indicará quais soluções seu grupo irá preparar.

Os dados serão colocados na lousa, numa tabela geral para uso coletivo pela classe. A curva padrão será construída com os dados de todos os grupos, portanto, a qualidade do trabalho de cada grupo interfere na qualidade dos resultados de todos os grupos.

Pesagem

Pese em balança analítica cada massa de soluto requerida para cada concentração num pequeno béquer tarado.

Dissolução

Dissolva o sólido com uma quantidade pequena de água, utilizando um bastão de vidro se necessário.

Transferência quantitativa para o balão volumétrico

Transfira essa solução para o balão volumétrico, empregando um funil de vidro (o professor/monitor irá orientá-lo sobre o modo correto de utilizar o funil, de modo que a solução não transborde ao ser transferida). Lave o béquer em que foi feita a pesagem, assim como o bastão de vidro, com pequenos volumes de água por várias vezes e os transfira para o balão volumétrico. Esse cuidado deve garantir que todo o material pesado seja transferido para o balão, sem perdas.

Ajuste do volume final de solução no balão volumétrico

Acrescente água no balão volumétrico até a proximidade da marca de volume. Cuidadosamente, com contagotas, acrescente a água que falta e ajuste com atenção a posição do menisco (o professor/monitor irá orientá-lo sobre como fazer isso corretamente para evitar erros de paralaxe). Os balões devem então ser fechados com a tampa e invertidos repetidas vezes de modo a homogeneizar a solução de sacarose. Observe atentamente as instruções do professor sobre os detalhes da técnica.

B – Pesagem de volumes conhecidos de soluções padrão e de amostras para determinação da densidade

Utilizando pipeta volumétrica, meça 10,00 mL de cada solução padrão e pese-os na balança analítica usando um béquer pequeno (de 10 a 50 mL de volume).

Repita o procedimento acima para a amostra de refrigerante cola designado para a dupla.

Anote a temperatura em que o experimento está sendo realizado, medindo a temperatura da água.

RELATÓRIO

Nota: o desempenho neste experimento não será avaliado por meio de uma prova no início do experimento anterior. Será avaliado por meio de um relatório individual. O relatório deverá ser entregue no início da próxima aula.

Seções do relatório

O relatório deverá conter as seguintes seções:

Identificação dos autores

Título

Objetivo do experimento

Pré-Laboratório

Nesta seção deverão ser anexados os itens solicitados na seção Pré-Laboratório deste roteiro. Serão considerados para avaliação apenas os itens vistos pelos monitores.

Resultados e Discussão

A - Tabela de dados experimentais e densidade calculada

Construa uma tabela incluindo, para cada ponto da curva padrão, as seguintes informações:

número do ponto (n), massa de sacarose, concentração de solução de sacarose, massa de 10,00 mL de solução de sacarose, densidade da solução de sacarose.

Na tabela devem ser indicados os erros e desvios das medidas e suas unidades. Indique a temperatura em que as medidas foram feitas.

B - Curva padrão

Construa o gráfico da Densidade da solução de sacarose *versus* Concentração da solução. O gráfico deve ser claro e representar todos os pontos obtidos no experimento.

Efetue um ajuste linear para o total de pontos. Inclua os valores obtidos para os parâmetros deste ajuste. Discuta seus resultados tendo em vista os seguintes questionamentos:

O ajuste foi bom? Os dados parecem ser bem descritos por uma relação linear? Será que preciso incluir todos os pontos na análise? Não bastaria tirar uma média dos resultados para cada ponto? Isto seria válido? Retirando um ponto ou outro da análise, o ajuste melhora? Qual ponto? Se melhora, por que?

Retome a forma como foram obtidos os dados referentes aos pontos. Faça uma análise do procedimento experimental tendo em vista os seguintes questionamentos:

Em que medida os resultados da análise por regressão linear me permitem avaliar a qualidade do meu trabalho experimental e de meus colegas? Em que medida tal análise me permitem avaliar a pertinência do método proposto para determinar a concentração de sacarose?

Embase seus argumentos nos dados experimentais e em suas observações, bem como nos cálculos e nos métodos de análise empregados.

C – Determinação da concentração de sacarose nas amostras

Construa uma tabela com os dados referentes às amostras de refrigerante.

Indique a origem das amostras.

Utilize a curva padrão para calcular a concentração de sacarose nas amostras de refrigerante.

Faça uma análise dos resultados obtidos tendo em vista os seguintes questionamentos:

Os resultados estão coerentes com os valores informados pelos fabricantes? Se há discrepâncias, quais seriam as causas, tendo em vista os procedimentos empregados, os dados obtidos e o método da curva padrão? Os demais componentes dos refrigerantes interferem nos resultados de modo significativo? Por que?

Uma etapa fundamental de qualquer procedimento analítico em química é o tratamento prévio das amostras. As amostras deste experimento foram degaseificadas. Discuta a relevância deste tratamento no procedimento adotado em termos de como influencia nos resultados. Indique pontualmente em quais etapas do procedimento este tratamento se mostra importante e que consequências a sua supressão acarretaria na precisão e exatidão dos resultados obtidos.

BIBLIOGRAFIA

1. CRC Handbook of Chemistry and Physics (diversas edições disponíveis na biblioteca)
2. E. Giesbrecht, coord., Projetos de Ensino de Química, Editora Moderna – USP, 1979.
3. Triola, M. F., Introdução Rio de Janeiro à estatística, 10 ed., Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2008.
4. Vogel, A. I. , Química Analítica Qualitativa (diversas edições disponíveis na biblioteca)
5. Volpato, G. L. e Barreto, E. G., Estatística sem dor!!!. Botucatu: Best Writing 2011.

Material suplementar: tabelas e gráficos

Tabelas são formas muito comuns e convenientes de organizar e mostrar dados numéricos. Sintéticas, podem reunir grande quantidade de informações. Uma tabela possui 4 elementos básicos:

- Título: identifica a tabela no texto e resume quais dados estão sendo mostrados ali. Comumente é expresso assim: *“Tabela 12: Evolução da contribuição dos setores industriais no PIB nas últimas décadas”*
- Cabeçalho: identifica quais grandezas estão correlacionadas em linhas e colunas. Normalmente a primeira coluna expressa uma dimensão dos dados. No nosso caso, indica qual o número ordinal correspondente de cada dado para a curva padrão.
- Corpo da tabela: contém os dados numéricos. A tabela deve ser formatada de modo a facilitar a leitura dos números ali expressos. Os números devem ser expressos de modo a facilitar isto também.
- Rodapé: no rodapé da tabela podemos incluir detalhamentos que foram suprimidos das informações no cabeçalho, ou o significado de abreviações. Por exemplo, é possível ganhar espaço no cabeçalho se abreviarmos *“Concentração de soluções de sacarose”* por *Sac¹*. No caso, no rodapé, deve haver uma nota explicando ao que *Sac* corresponde.

Gráficos são elementos fundamentais na apresentação e discussão de dados quantitativos. Quando bem empregados, facilitam a identificação de tendências nos resultados e a atribuição de significados aos mesmos. Os elementos fundamentais de um gráfico são:

- Título: identifica o gráfico no texto e resume quais dados estão sendo mostrados ali. Comumente é expresso assim: *“Gráfico 1: Variação da temperatura em função da concentração de gás carbônico atmosférico para o último século”*
- Espaço cartesiano: inclui os dados apresentados como pontos do tipo $A(X, Y)$ num plano de coordenadas delimitado por eixos ordenados. É fundamental determinar a escala do gráfico, indicando o valor mínimo e máximo nos eixos e as subunidades de divisão. Cada eixo deve ter um título que mostra as grandezas representadas e as unidades de cada grandeza.
- Legenda: ao representar múltiplos conjuntos de dados no formato (X, Y) , os pontos pertencentes a cada conjunto devem ser identificados da mesma forma e distinto dos demais conjuntos. Normalmente se usam marcadores com formas e cores distintas para cada conjunto. É o mesmo princípio de jogadores de times diferentes identificados com uniformes distintos. Sem os uniformes, fica impossível entender o jogo.

Gráficos também permitem a visualização do resultado da análise matemática e estatística de dados numéricos por meio de funções matemáticas. Ao fazê-lo, podemos relacionar as propriedades matemáticas das funções com as características dos experimentos por meio dos quais quantificamos os fenômenos que pretendemos estudar.

No presente caso, interessa-nos os parâmetros numéricos das funções que descrevem relações de proporcionalidade direta entre grandezas, as quais se traduzem graficamente por meio de curvas retas. Estas são denominadas relações lineares. Os parâmetros que as descrevem a partir de um conjunto de dados experimentais podem ser obtidos por meio de um método estatístico denominado regressão linear ou ajuste linear de dados. Atualmente é trivial obter estes parâmetros a partir de planilhas gráficas e calculadoras de bolso. A questão é: quais os parâmetros obtidos por este método? Qual seu significado? Vá descobrir!