

## Elaboració d'una llibreta de laboratori

### Índex:

1. Idea Principal
2. Preguntes Guia
3. Text
  - Aspectes bàsics
  - Característiques
  - Continguts
4. Exemple

### 1. Idea Principal

Elaborar adequadament una llibreta de laboratori de química analítica.

### 2. Preguntes Guia

- Pg 1** Enumerar les tres funcions que ha de complir una llibreta de laboratori.
- Pg 2** Quina altra característica és important en una llibreta de laboratori?
- Pg 3** Quines característiques ha de complir la llibreta de laboratori per ser inalterable?
- Pg 4** (Veritable/Fals) Quan s'ha comès un error experimental, que fa que els resultats siguin erronis, s'ha de taxar aquesta descripció de la llibreta, de manera que no sigui llegible i tornar a començar.
- Pg 5** Que ha de complir una llibreta de laboratori per ser comprensible?
- Pg 6** Enumerar els continguts d'una llibreta de laboratori.
- Pg 7** Com hauria de ser l'esquema d'un procediment?
- Pg 8** Per quins dos motius són importants les reaccions químiques?
- Pg 9** Que s'ha d'incloure als apartats de dades i observacions experimentals?
- Pg 10** Que pot consignar-se a l'apartat de discussió de resultats?

### 3. Text

#### Aspectes basics

**Pg 1** Una llibreta de laboratori és un eina de treball que serveix com a registre de tot allò que es fa al laboratori, aquestes han de complir tres funcions:

- Detallar tot allò que es fa o s'observa al laboratori.
- Ser útil per a la persona que la fa.
- Ser suficientment entenedora de manera que un altra persona pogués reproduir fàcilment l'experiment fet. ↑

Aquests tres punts marquen la lògica a seguir dintre de la realització d'una llibreta de laboratori, es a dir, una llibreta on es registri tot, feta per treballar còmodament, però amb la restricció de fer-la lo suficientment clara per què la pugui entendre una altra persona.

**Pg 2** A més d'això la llibreta ha de ser un registre inalterable del treball fet i per tant ha de complir una sèrie de requisits. ↑

#### Característiques

Per tal que la llibreta sigui un registre de tot el que passa al laboratori i mantenir la inalterabilitat aquesta a de tenir una sèrie de característiques.

**Pg 3 i 4** Primer de tot ha de ser una llibreta cosida per què no puguin arrencar-se les pàgines, que a més, hauran d'estar numerades. Per tal de registrar tot el que passa al laboratori la llibreta s'haurà d'escriure durant la realització de l'experimental amb un bolígraf, mai a llapis. Els possibles errors s'hauran de taxar amb una ratlla mai amb un líquid corrector o de manera que no es pugés llegir. A més si l'error ha estat

experimental no s'esborrarà, sinó que s'explicarà a la llibreta com a part de les observacions. ↑

**Pg 5** Finalment per facilitar la comprensió per part d'una altra persona la llibreta hauria d'estar escrita amb lletra clara, fent servir frases curtes i directes amb un vocabulari adient i sense acrònims informals. ↑

## Continguts

A més de totes les característiques ja esmentades, la llibreta de laboratori ha de tenir uns continguts mínims.

**Pg 6** De forma general, la llibreta haurà de tenir el nom de la persona així com altres característiques per poder ser identificada, com per exemple el nom del laboratori o del grup. A més hauria de contenir un índex general per poder reconèixer les diferents determinacions fetes.

Dintre de cadascuna d'aquestes determinacions haurà d'haver-hi els elements següents:

Títol

Data

Objectiu

Dades de la mostra

Reactius i productes

Esquema del procediment experimental

Bibliografia

Reaccions químiques

Càlculs previs

Dades

Observacions experimentals

Càlculs finals

Discussió dels resultats ↑

Aquest llistat d'elements es variable i podran estar agrupats o ordenats de maneres diverses segons les preferències personals. Tots aquest elements són bàsics i tenen la seva utilitat, tant per a la realització de la determinació, com per la seva comprensió per part d'una altra persona.

El títol de la determinació permet identificar l'experiment que s'ha fet.

La data permet establir temporalment la realització d'aquest.

L'objectiu hauria de ser breu i concís, identificant allò que es vol fer.

Les dades de la mostra contenen aquella informació que es té inicialment de la mostra: tipus, estat físic, concentració aproximada de l'analit, etc.

En reactius i productes s'hauria de consignar totes aquelles dissolucions o productes químics que es faran servir així com les seves dades rellevants, com per exemple pes molecular, concentració o estat físic.

**Pg 7** L'esquema del procediment és una part fonamental, ja que la realització pràctica de la determinació s'hauria de dur a terme seguint aquest esquema. Aquest hauria de ser, primer de tot, una adaptació dels procediments bibliogràfics al tipus de mostra, concentració d'aquesta i reactius disponibles així com les seves concentracions. A més el procediment no ha d'estar redactat si no que ha de ser un esquema que, de manera clara, identifiqui les diferents operacions a fer durant la determinació però sense ometre cap informació rellevant. ↑

La bibliografia ha de contenir aquells documents que s'han fet servir per extreure, tant el procediment o procediments, com qualsevol altra informació rellevant, com ara el contingut típic que hauria de tenir un analit a una determinada mostra.

**Pg 8** Les reaccions químiques que intervenen en la determinació tenen dues funcions, una és la de permetre la realització dels càlculs, per la seva estequiometria i l'altre és la de poder entendre millor les diferents etapes del procediment a través de la seva implicació a les reaccions. ↑

Sempre que es disposi d'una concentració aproximada de la mostra s'hauran de fer càlculs previs per saber la quantitat necessària per la determinació.

**Pg 9** Les dades experimentals i el procediment experimental podrien agrupar-se en un únic apartat, ja que són el registre a la llibreta de tots els passos que es fan, les observacions fetes (formació d'un precipitat, color de la solució...) i les mesures obtingudes (mesures de volum, pesos, mesures de pH...). Aquests apartats s'han d'escriure durant la seva realització i per tant les frases haurien de ser curtes i concises. ↑

La llibreta també ha de contenir els càlculs finals que permeten obtenir la concentració de l'analit a través de les mesures fetes.

**Pg 10** Finalment la llibreta de laboratori ha de contenir un apartat de discussió dels resultats on s'avalui la seva validesa, l'eliminació de resultats, la seva interpretació en funció de les concentracions teòriques o les implicacions que tenen aquestes concentracions en la mostra. ↑

#### 4. Exemple

*Determinació del contingut de Peròxids d'un vi*

05/03/2012

**Objectiu:**

*Determinar el contingut de peròxid en una mostra de vi negre.*

**Dades Prèvies:**

*L'índex de permanganat d'un vi s'expressa com el contingut de substàncies fenòliques i està relacionat amb el caràcter gustatiu. Els vins negres contenen entre 50 i 150 meq/l. A causa del seu origen se sospita que és un vi molt dur amb 150 meq/l.*

### **Reactius i productes químics:**

Patró de  $\text{KMnO}_4$  0,1 M

Solució d'àcid tartàric semineutralitzat

Solució de Carmí d'indí 0,015 M

### **Esquema:**

Pipetejar 2 ml de vi

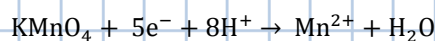
Afegir 50 ml de carmí d'indí 0,015%

Valorar amb  $\text{KMnO}_4$  fins color groc or

Assaig blanc: igual però substituïnt mostra per àcid tartàric semineutralitzat

### **Bibliografia:**

Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Métodos Oficiales de Análisi- Tomo II, Madrid 1986 p. 130-131.



### **Càlculs previs:**

Suposant uns 150 meq/l i fent servir una bureta de 10 ml:

$$4 \text{ ml} \times \frac{0,1 \text{ mlos}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{5 \text{ eq}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{150 \text{ meq}} = 13,33 \text{ ml}$$

S'utilitzaran 10 ml ja que és la pipeta més pròxima al càlcul previ.

### **Procediment Experimental:**

A un erlenmeyer net i sec si avoquen 10 ml de la mostra de vi i 50 ml de la solució de carmí d'indí amb les respectives pipetes aforades. S'obté una solució de color blau fosc. Aquesta solució es valora amb permanganat de potassi 0,1 M fins l'aparició del color groc.

El volum gastat ha estat molt petit 1,5 ml. Per aquest motiu es recalcula la concentració teòrica i amb aquesta la quantitat de mostra necessària:

$$1,5 \text{ ml} \times \frac{0,1 \text{ mols}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{5 \text{ eq}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}} \times \frac{1}{10^{-3} \text{ l}} = 75 \text{ meq/l}$$

$$4 \text{ ml} \times \frac{0,1 \text{ mols}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{5 \text{ eq}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{75 \text{ meq}} = 26,67 \text{ ml}$$

S'utilitzarà la pipeta de 25 ml per mesurar la quantitat de mostra.

Es fa la valoració seguint el mateix procediment però fent servir 25 ml de vi. En aquest cas el volum gastat és adient, per lo que es fan dues valoracions més seguint el mateix procediment.

Finalment es fa l'assaig en blanc seguint el procediment descrit però fent servir la solució d'àcid tartàric semineutralitzat en comptes de la mostra de vi.

Valoració	Volum consumit (ml)	Blanc volum consumit (ml)	Concentració (meq/l)	Mitja (meq/l)	Desviació estàndard (meq/l)	Desviació estàndard relativa (%)
1	3,76	0,04	74,53	74,27	0,23	0,31
2	3,74	0,04	74,13			
3	3,74	0,02	74,13			

Les concentracions s'han calculat fent servir l'equació:

$$V_{\text{gastat}} - \overline{V}_{\text{blanc}} \text{ ml} \times \frac{0,1 \text{ mols}}{1000 \text{ ml}} \times \frac{5 \text{ eq}}{1 \text{ mol}} \times \frac{1000 \text{ meq}}{1 \text{ eq}} \times \frac{1}{25^{-3} \text{ l}} = \text{Concentració meq/l}$$

La mostra de vi analitzada conté un índex de peròxids de  $74,27 \pm 0,31 \text{ meq/l}$ .

### **Discussió dels resultats:**

Els resultats de la valoració tenen una desviació baixa y per tant són precisos i no s'ha de repetir cap anàlisis. La concentració real de peròxids del vi es més petita que la que teòricament s'avia suposat, sent un vi negre suau en comptes de molt dur i astringent.