

EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA ANALÍTICA

Ramon Compañó Beltran
Miquel Esteban Cortada
Maria Dolors Prat Roura
Roser Rubio Rovira

Departament de Química Analítica



EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA ANALÍTICA

Ramon Compañó Beltran
Miquel Esteban Cortada
Maria Dolors Prat Roura
Roser Rubio Rovira

Departament de Química Analítica

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA



PRESENTACIÓ

La reforma del Pla d'estudis de la titulació de Química, realitzada l'any 1992, va comportar la transformació de les classes pràctiques en assignatures *per se*. Aquest fet va suposar un replantejament dels continguts i de la metodologia dels ensenyaments pràctics que, juntament amb la dotació dels laboratoris de docència amb nova instrumentació i la implantació posterior dels elements bàsics d'un sistema de gestió de la qualitat, ha permès oferir als estudiants unes pràctiques de laboratori, en molts aspectes, equiparables a la pràctica professional. En concret, en l'assignatura Experimentació en Química Analítica, mitjançant l'anàlisi de mostres ambientals, alimentàries i industrials, s'ofereix als estudiants la possibilitat de conèixer i d'aplicar les tècniques bàsiques de l'anàlisi instrumental. Les pràctiques incloses en aquest text guia recullen l'experiència docent dels professors del Departament de Química Analítica i han estat revisades i adaptades amb la col·laboració de molts d'ells, a qui volem manifestar el nostre agraïment.

En preparar la present edició, els deu anys d'experiència en la impartició de l'Experimentació en Química Analítica, han aconsellat suprimir alguna pràctica i incorporar-ne altres de noves, en particular en l'apartat d'electroanàlisi i d'espectroscòpia molecular.

Febrer 2006

ÍNDIX

1. INTRODUCCIÓ.....	5
1.1. Objectius.....	5
1.2. Programa.....	5
2. CONSIDERACIONS GENERALS.....	7
2.1. Esquema general del procés analític.....	7
2.2. Tractament de la mostra.....	11
2.3. Anàlisi de traces.....	12
2.4. Assegurament de la qualitat.....	13
2.5. Seguretat i residus.....	15
2.6. Bibliografia.....	22
3. CALIBRATGE.....	23
3.1. Preparació dels patrons.....	23
3.2. Mètodes de calibratge.....	24
4. DETERMINACIONS PER ESPECTROSCÒPIA ATÒMICA.....	27
4.1. Introducció.....	27
4.2. Calibratge d'un espectrofotòmetre d'absorció atòmica.....	30
4.3. Determinació del contingut de plom en filtres.....	32
4.4. Determinació d'impureses de zinc en reactius químics purs.....	33
4.5. Efecte de la viscositat de la matriu en la determinació de potassi per espectroscòpia d'emissió atòmica.....	34
4.6. Determinació de potassi en aigües potables per espectroscòpia d'emissió atòmica.....	35

4.7. Determinació de coure i ferro en vins per espectroscòpia d'absorció atòmica	36
4.8. Determinació dels límits de detecció i quantificació de coure en vins per espectroscòpia d'absorció atòmica	38
4.9. Determinació de calci, magnesi i potassi en un fertilitzant.....	40
4.10. Determinació de ferro en un llautó per espectroscòpia d'absorció atòmica	42
5. DETERMINACIONS PER ESPECTROCÒPIA MOLECULAR.....	43
5.1. Introducció	43
5.2. Calibratge d'un espectrofotòmetre UV-vis	46
5.3. Determinació de nitrit en aigua	50
5.4. Determinació de ftalat de dietil en etanol marcat, per espectrofotometria d'ultraviolat-visible.....	52
5.5. Determinació del contingut d'àcid fosfòric en una beguda de cola per espectrofotometria visible	53
5.6. Determinació espectrofotomètrica de cafeïna i d'àcid acetilsalicílic en preparats farmacèutics	55
5.7. Determinació espectrofotomètrica de sílice	57
5.8. Determinació espectrofotomètrica d'arsènic.....	59
5.9. Determinació espectrofotomètrica del pK_a d'un indicador: blau de bromotimol, verd de bromocresol	62
5.10. Determinació de l'estequiometria del complex Fe(III)-sulfosalicilat. Mètode de les variacions contínues	64
5.11. Determinació espectrofotomètrica d'alumini mitjançant anàlisi per injecció en flux (FIA)	66
5.12. Determinació espectrofotomètrica de sílice en aigües mitjançant anàlisi per injecció en flux (FIA)	68
5.13. Determinació fluorimètrica de riboflavina (vitamina B ₂) en un preparat farmacèutic.....	70
5.14. Determinació fluorimètrica d'àcid acetilsalicílic en un preparat farmacèutic.....	72
5.15. Determinació fluorimètrica de quinina en begudes refrescants	74
5.16. Determinació fluorimètrica de clorquinaldol en preparats farmacèutics	76

6. DETERMINACIONS ELECTROANALÍTiques	79
6.1. Introducció	79
6.2. Calibratge d'un pH-metre	82
6.3. Determinació potenciomètrica de nitrat en hortalisses	84
6.4. Determinació potenciomètrica de fluorur en un dentífric	86
6.5. Determinació conductimètrica de sulfat	88
6.6. Determinació conductimètrica dels grups carboxílics en una dissolució d'àcid poliacrílic	89
6.7. Determinació polarogràfica de plom, cadmi i zinc en mostres aquoses	91
6.8. Determinació polarogràfica de quinina en aigua tònica	92
6.9. Determinació polarogràfica d'àcid ascòrbic en suc de fruita i en preparats farmacèutics	94
6.10. Determinació polarogràfica de nicotina en tabac	96
6.11. Determinació voltamperomètrica de plom i cadmi en recipients ceràmics	98
6.10. Determinació voltamperomètrica de plom i cadmi en sal	100
6.11. Determinació electrogravimètrica de coure en bronze o llautó	102
6.12. Anàlisi electrogravimètrica de coure i níquel en un aliatge	104
7. DETERMINACIONS CROMATOGRÀFIQUES	107
7.1. Introducció	107
7.2. Determinació d'etanol en cervesa per cromatografia de gasos	110
7.3. Anàlisi qualitativa i quantitativa d'una mescla d'alcohols per cromatografia de gasos	112
7.4. Determinació dels àcids grassos d'un oli vegetal per cromatografia de gasos	114
7.5. Determinació de benzè en toluè per cromatografia de gasos	116
7.6. Determinació del nombre de plats teòrics d'una columna de cromatografia de gasos	118
7.7. Test de columna en cromatografia de líquids	120
7.8. Determinació de cafeïna en cafè soluble i te per cromatografia de líquids	123
7.9. Determinació de paracetamol i àcid acetilsalicílic en un analgèsic per cromatografia de líquids	125
7.10. Determinació d'additius en begudes refrescants per cromatografia de líquids	127

2. CONSIDERACIONS GENERALS

2.1. ESQUEMA GENERAL DEL PROCÉS ANALÍTIC

El procés global d'anàlisi inclou diverses etapes, cadascuna de les quals està sotmesa a error i a imprecisió. Cal tenir cura de dur a terme cada etapa de manera rigorosa, ja que aquests errors i manca de precisió contribueixen a la incertesa del resultat final de l'anàlisi.

En les pràctiques que es realitzen en un laboratori universitari de docència no és necessari parlar de les etapes de plantejament del problema i de presa de mostra, que serien les etapes inicials de qualsevol procés analític usual. D'altra banda, tampoc no és habitual que els estudiants realitzin operacions de presa de mostra. Per tant, les etapes del procés analític que se seguiran al laboratori són les següents:

- El professor indica l'anàlit, la mostra i la tècnica analítica.
- Consulteu la bibliografia: analitzeu les diferències que hi ha entre els diversos mètodes i/o procediments. En el cas que hi hagi diferències en els procediments o fins i tot existeixin mètodes diferents, identifiqueu les diferències i assebeuteu-vos dels possibles avantatges i inconvenients de cadascun envers els altres. Consulteu-ho amb el professor i decidiu el mètode i el procediment més adient que trobeu a la bibliografia.
- Elegiu el mètode de calibratge adient per a la quantificació dels anàlits.
- Feu els càlculs previs.
- Peseu la mostra o preneu-ne el volum adient.
- Dissoleu la mostra si cal.

- Procediu a la mesura.
- Avalueu els resultats obtinguts i expresseu-los correctament.

2.1.1. Càlculs previs

Abans de fer qualsevol anàlisi cal conèixer la quantitat de mostra necessària per fer cada determinació. Aquesta quantitat s'haurà de calcular prèviament en funció de:

- El contingut aproximat de l'anàlit en la mostra.
- La tècnica de mesura que s'utilitzarà.
- El mètode de calibratge per a la quantificació.
- El material volumètric disponible.

2.1.2. Obtenció de la fracció per a la determinació

Cal tenir en consideració l'estat físic de la mostra, és a dir, si és un sòlid o un líquid. En el primer cas, la mostra s'haurà de pesar i, en el segon cas, es podrà pesar o bé se n'haurà de prendre una part alíquota amb el material volumètric adient.

Si es tracta d'una mostra sòlida i el resultat s'ha de referir a mostra seca, cal assecar-la prèviament a 105 °C – 110 °C durant uns 60 minuts i després deixar-la refredar en un dessecador fins a temperatura ambient.

La pesada s'ha de fer en una balança analítica (balança amb una precisió de 0,1 mg). El valor de la concentració de l'anàlit s'obtindrà a partir de tres determinacions independents, és a dir, a partir de tres pesades independents de la mostra.

Es pot pesar per diferència o per addició. En el primer cas es pesa el recipient que conté la mostra, se'n treu la quantitat determinada pel càlcul previ, es col·loca directament en un recipient adient, i es torna a pesar el recipient inicial amb la quantitat de producte restant; les mostres sòlides es pesen dins d'un pesafiltres i la quantitat desitjada es treu amb l'ajut d'una espàtula. Les mostres líquides es pesen dins d'un flascó i la quantitat que s'ha de pesar es treu amb l'ajut d'un comptagotes. En ambdós casos el pes de mostra es determina per diferència. En cap cas es pot retornar part de la substància al recipient inicial. Tant l'espàtula com el comptagotes han d'estar molt nets i secs. Quan es pesa per addició, en primer lloc es tara el recipient destinat a contenir la fracció per a la determinació, s'hi addiciona la quantitat desitjada,

mitjançant una espàtula si la substància és sòlida o un comptagotes si és líquida, i es procedeix a la pesada.

Totes les pesades realitzades s'han d'anotar directament al diari de laboratori (apartat 2.1.3), **mai en un full a part**.

Les mostres líquides també es poden prendre volumètricament utilitzant sempre una pipeta aforada. En el cas que per prendre el volum desitjat no hi hagi una pipeta disponible s'utilitzarà la de volum més proper disponible i es refaran els càlculs previs per tal de comprovar si aquest nou volum permet mantenir les condicions de treball. Sempre que sigui possible s'han de prendre volums diferents de mostra per tal d'obtenir dilucions diferents.

Quan el pes o el volum determinats mitjançant el càlcul previ siguin molt petits caldrà prendre'n de més grans i posteriorment fer les dilucions corresponents.

2.1.3. El diari de laboratori

En un laboratori de Química Analítica és imprescindible disposar d'un diari de laboratori. Les dues finalitats del diari són, d'una banda, el fet de tenir per escrit els procediments experimentals, les incidències observades i les dades obtingudes en cadascun dels assaigs realitzats i, de l'altra, permetre que una altra persona, seguint-lo, pugui continuar o repetir una determinada experiència descrita al diari.

Així, doncs, es pot dir que un diari de laboratori ha de tenir les característiques següents:

- Explicar tot el que s'ha fet.
- Detallar tot el que s'ha observat.
- Ser entenedor per a qualsevol altra persona.

D'altra banda, l'alumne ha d'escriure aquest diari en el mateix laboratori, ja que cal anotar les incidències quan es produeixen, no més tard. Un bon treball al laboratori ha de quedar reflectit en un bon diari de laboratori. Recordeu que els punts de cada experiència que cal recollir al diari han de ser els següents:

- a) Data
- b) Títol de la pràctica
- c) Objectiu
- d) Informació inicial de la mostra:
 - contingut aproximat d'anàlit
 - estat físic
 - aspecte

- e) Bibliografia consultada
- f) Esquema breu del procediment seleccionat
- g) Càlculs previs
- h) Instrument utilitzat
- i) Anotacions de totes les dades experimentals:
 - pesades
 - dilucions
 - volums
 - concentracions dels reactius utilitzats
 - condicions de l'instrument de mesura
 - dades obtingudes a partir de l'instrument: registres, dades numèriques, etc.
- j) Incidències particulars o generals sobre el procediment, la mostra, possibles problemes o anomalies, etc.
- k) Càlculs finals: Expressió dels resultats obtinguts
- l) Autoavaluació dels resultats obtinguts com a criteri per reconèixer la seva fiabilitat o la necessitat, si cal, de repetir alguna experiència

2.1.4. Neteja del material de laboratori

Per desenvolupar qualsevol treball al laboratori cal tenir molta cura en la neteja del material i de la taula de treball.

La neteja del material s'ha de fer immediatament després de cada operació, ja que resulta més fàcil netejar quan es coneix la naturalesa dels residus. El material de vidre **ha d'estar sempre net**. En la majoria dels casos, la neteja es duu a terme seguint l'esquema següent:

- Es renta amb aigua i detergent, després d'haver retirat amb una espàtula o amb una vareta de vidre el màxim de residus.
- Ocasionalment es poden utilitzar àcids, bases o dissolvents orgànics per acabar d'eliminar tots els residus.
- Si s'ha de realitzar una anàlisi molt acurada, i especialment en la determinació de components a nivell de traces, el material requereix una neteja amb tractaments específics, tal com es descriu a l'apartat 2.3.
- L'última operació de la rentada és esbandir tot el material amb l'aigua desionitzada disponible al laboratori.
- El material net s'asseca normalment a l'aire, o bé utilitzant una estufa de dessecació.

En aquest últim cas el material s'ha d'introduir a l'estufa sense taps ni claus. **Mai no s'ha de posar el material volumètric a l'estufa.**

2.2. TRACTAMENT DE LA MOSTRA

Un cop es disposa d'una mostra analítica presa correctament, en general és necessari sotmetre-la a una sèrie de tractaments i operacions previs a la realització de les mesures que permetran determinar les concentracions dels anàlits. Aquest conjunt d'operacions és el que es denomina *tractament de la mostra*, i depèn tant de la mostra que s'analitza com de l'anàlit i de la tècnica de mesura que es vol emprar.

Per tal de triar el tractament òptim de la mostra cal consultar en cada cas la bibliografia recomanada. A continuació es fan una sèrie de consideracions de caràcter general.

Les mostres sòlides es poden polvoritzar en un morter. Es disposa de morters de diferents materials (vidre, acer, àgata...) que s'utilitzen en funció de les característiques de la mostra. Un sistema mecanitzat de mòlta és el basat en l'ús d'un molí de boles, en el qual la mostra es barreja amb unes esferes d'un material d'alta duresa, i es fa girar tot en un tambor fins a polvoritzar finament la mostra.

En el cas de mostres metàl·liques, és freqüent la utilització d'eines mecàniques de tall per a l'obtenció de partícules de petita grandària. Aquestes operacions poden deixar restes d'olis o greixos que s'han d'eliminar rentant la mostra convenientment amb un dissolvent orgànic.

Després d'alguna d'aquestes etapes, i abans de la pesada, els sòlids se solen assecar a l'estufa (105 °C – 110 °C) per tal d'eliminar l'aigua adsorbida. En alguns casos aquest tractament pot provocar canvis significatius en la composició de la mostra i, en d'altres, l'aigua no és eliminada completament. Per a aquests casos particulars cal consultar la bibliografia per tal d'aplicar el tractament més adient. Un cop assecada, la mostra s'ha de mantenir en un ambient net i sec (dessecador).

Atès que la majoria de mesures es realitzen en dissolució, un cop pesada la quantitat necessària de mostra, cal dissoldre-la mitjançant un reactiu adient. En el cas de les mostres inorgàniques el més freqüent és l'ús d'àcids (HCl, HNO₃, H₂SO₄, HClO₄, i mescles d'aquests). Com a regla general, cal provar primer amb dissolucions diluïdes dels àcids, en fred i en calent, i després passar a dissolucions més concentrades.

En el cas de mostres orgàniques és freqüent emprar dissolvents orgànics per extreure els anàlits.

Els atacs de mostres amb àcids es fan en vasos de precipitats, on s'afegeix la mínima quantitat de reactiu. El vas es tapa amb un vidre de rellotge. Normalment l'atac es duu a terme en un bany de sorra. També es pot utilitzar una placa agitadora amb calefacció o un bec de

Bunsen amb una reixeta al damunt. Sigui quin sigui el sistema emprat, cal controlar periòdicament l'evolució de la mostra. L'atac no pot ser violent, pel perill que comporta d'esquitxos i pèrdua de substància. Tots els atacs s'han de fer en una vitrina amb sistema d'extracció de gasos.

Si la mostra no es pot dissoldre en condicions moderades d'atac cal recórrer a la disgregació amb fundents, en gresols de materials resistents (porcellana, Pt...) a temperatures elevades.

Quan en la dissolució de mostres s'utilitzen dissolvents orgànics, cal tenir cura d'emprar sistemes de calefacció que no comportin perill d'incendi (banys d'aigua, plaques calefactores).

2.3. ANÀLISI DE TRACES

La determinació d'elements i compostos químics a nivell de traces no solament comporta la utilització de tècniques analítiques molt sensibles sinó que implica dur a terme el treball analític sempre sota un control rigorós per tal d'evitar o minimitzar els principals problemes que apareixen en aquest tipus d'anàlisi. Aquests problemes es deriven fonamentalment de la possible contaminació de la mostra, de possibles pèrdues d'anàlit, així com d'altres causats per la complexitat de la matriu i es poden fer palesos en les diferents etapes del procés analític.

La contaminació de la mostra s'origina per la introducció de quantitats incontrolades d'anàlit a partir de diverses fonts, entre les quals destaquen els reactius químics, el material de laboratori que s'utilitza i l'ambient d'aquest.

Les pèrdues de quantitats incontrolades dels anàlits durant l'anàlisi vénen causades fonamentalment per processos d'adsorció en el material de laboratori que s'utilitza, processos d'adsorció en la matèria en suspensió o en col·loides, o bé per volatilització durant l'etapa de dissolució de la mostra. D'altra banda, les substàncies adsorbides en el material poden causar efecte de memòria en determinacions posteriors.

La complexitat de la matriu pot fer que calgui dur a terme algun sistema de separació previ a la mesura final. Tot procés de separació presenta un risc tant de contaminació com de pèrdua d'anàlit.

Per minimitzar aquests efectes cal observar una sèrie de precaucions, que es resumeixen a continuació:

- a) Conèixer el nivell de concentració dels anàlits.
- b) Extrepar la neteja del material de laboratori fent servir sistemes de rentada que siguin especialment recomanats per a cada tipus d'anàlits a determinar: àcids minerals, dissolvents orgànics, dissolucions alcalines, mescla cròmica, etc. Consulteu el professor abans de decidir el tipus de rentada que fareu servir.

- c) Com a norma general l'emmagatzematge tant de les mostres com de les dissolucions i extractes obtinguts al llarg de l'anàlisi s'ha de dur a terme en flascons ben tapats, a temperatura baixa i en absència de llum.
- d) Preparar de manera rigorosa els «blancs analítics».
- e) En cas de risc de pèrdua d'anàlit per volatilització cal dur a terme el tractament de la mostra a la temperatura més baixa possible i evitar un temps perllongat d'atac. Si es pot és millor utilitzar sistemes tancats.
- f) Per tal de minimitzar les pèrdues per adsorció en les parets del material de vidre és recomanable fer la mesura final de les dissolucions, tant de patrons com de mostres i «blancs analítics», durant la mateixa sessió de treball en la qual s'han preparat.
- g) Usualment s'utilitzarà l'aigua desionitzada disponible al laboratori. En casos determinats, i sempre després de la consulta prèvia amb el professor, s'utilitzarà aigua doblement desionitzada.

2.4. ASSEGURAMENT DE LA QUALITAT

L'assegurament de qualitat (o garantia de qualitat) en un laboratori analític inclou una sèrie d'activitats planificades i realitzades per tal d'assegurar que la informació analítica generada per aquell laboratori satisfà els requeriments de qualitat establerts en la seva política de qualitat.

En la concepció actual de la Química Analítica, es considera que una informació analítica és de qualitat si resol o contribueix a resoldre el problema que ha originat la demanda d'informació. Des d'aquest punt de vista, no n'hi ha prou amb el fet que la informació analítica sigui exacta i precisa, cal a més que respongui a les preguntes sorgides en la definició o plantejament del problema.

L'assegurament de la qualitat té tres aspectes bàsics: planificació de les activitats, control i avaluació. El control de qualitat inclou una sèrie d'activitats efectuades pel mateix laboratori i diferenciades del treball ordinari, encaminades a proporcionar una informació analítica de qualitat. D'altra banda, l'avaluació de la qualitat té per objecte assegurar que les activitats de control de qualitat es realitzen adequadament.

Si ens centrem en el control de qualitat, és a dir, en les actuacions dutes a terme pel personal que realitza les anàlisis, hi haurem d'incloure les activitats següents:

- a) El manteniment (preventiu i correctiu) de les instal·lacions de manera que se n'asseguri un funcionament correcte i la seguretat dels usuaris.
- b) El calibratge i el manteniment dels instruments.

- c) La validació de les metodologies de treball.
- d) La utilització de procediments normalitzats de treball (PNT) on s'expliquin amb detall les tasques que es realitzen al laboratori. Per exemple:
 - emmagatzematge i circulació de les mostres
 - neteja del material
 - etiquetatge dels reactius
 - preparació de dissolucions de reactius o patrons
 - aplicació de metodologies analítiques
 - utilització, calibratge i manteniment d'instruments
 - elaboració d'informes
 - arxiu de la documentació

Un aspecte bàsic del control de qualitat és el fet de garantir que en tot moment es pugui seguir sense interrupcions el procés que ha conduït a l'obtenció d'un resultat. En aquesta situació es diu que hi ha traçabilitat. Per tal de garantir la traçabilitat cal que totes les activitats que porten a l'obtenció d'un resultat quedin enregistrades en un document escrit. Aquest document ha de contenir a més de les dades primàries (pesades, mesures instrumentals), les incidències esdevingudes al llarg de les anàlisis, les observacions significatives, els càlculs i els resultats.

La situació que es dona en un laboratori universitari de docència no és comparable a la d'un laboratori d'assaig d'una indústria o de l'administració. Això no obstant, la introducció d'alguns elements de control de qualitat en un laboratori de docència pot ser altament beneficiosa tant des d'un punt de vista didàctic com pel que fa al bon funcionament del laboratori. En el cas concret del laboratori on s'imparteix l'assignatura Experimentació en Química Analítica aquests elements són els següents:

- a) Utilitzar els PNT d'ús d'instruments
- b) Realitzar el calibratge d'alguns instruments
- c) Utilitzar els PNT de mètodes analítics. En aquest cas, cal puntualitzar que no tots els mètodes analítics que s'inclouen en aquest text guia estan redactats en forma de PNT. En alguns casos, per raons didàctiques, s'ha preferit que l'estudiant busqui la metodologia a la bibliografia que té al seu abast.
- d) Emplenar els fulls de control d'ús d'instruments

D'altra banda, cal assenyalar que els responsables del laboratori realitzen el manteniment preventiu i correctiu de les instal·lacions i dels instruments.

2.5. SEGURETAT I RESIDUS

Qualsevol producte químic, especialment si és concentrat, és perillós fins que no es demostrï el contrari. En cas d'inhalació, contacte amb la pell o els ulls, o ingestió, **feu el tractament adient immediatament, abans de comprovar si el producte és perillós o no**. Aviseu el professor tan aviat com sigui possible i no tingueu vergonya de demanar assistència mèdica: en aquests casos sempre és millor tenir un excés de prudència.

Comproveu els perills que pot presentar un determinat compost i les precaucions que s'han de prendre tant en la seva manipulació com en l'eliminació dels residus **abans de fer-lo servir**, fins i tot quan es tracti de reactius relativament corrents: el fet que un compost sigui molt comú no necessàriament vol dir que sigui innocu. Les ampolles de reactius químics porten símbols de perillositat, frases dels riscos que presenten (frases R) i frases de les mesures de seguretat que s'han de prendre (frases S). Al laboratori hi ha informació del que volen dir aquestes frases i de la perillositat de molts dels reactius més comuns. A l'annex I hi trobareu els símbols de perillositat i una llista de les frases R i les frases S.

2.5.1. Elements de seguretat

Abans de començar a treballar al laboratori, comproveu que coneixeu els punts següents:

- Situació de les sortides del laboratori
- Situació dels elements de seguretat: rentauulls, dutxa, extintors i farmaciola
- Situació dels recipients per a la recollida de residus líquids i sòlids
- Nocions dels procediments d'eliminació de residus
- Normes generals de treball
- Nocions d'allò que cal fer en cas d'accident, especialment en cas de contacte de reactius amb la pell (l'incident més freqüent) o els ulls

2.5.2. Eliminació de residus

Dissolvents orgànics no miscibles amb aigua

Aboqueu-los als recipients destinats a la recollida de dissolvents orgànics no clorats que hi ha al laboratori.

Dissolvents miscibles amb aigua

Tant els dissolvents com les seves mescles amb aigua, aboqueu-los als recipients destinats a la recollida de dissolvents orgànics miscibles amb aigua.

Dissolvents clorats

Aboqueu-los als recipients destinats a la recollida de dissolvents orgànics clorats que hi ha al laboratori.

Àcids o bases

Si la quantitat és petita, o són relativament diluïts, es poden eliminar obrint l'aixeta de l'aigüera i abocant-los-hi lentament, de manera que es mesclin amb gran quantitat d'aigua. Si són molt concentrats i el volum és considerable, caldrà neutralitzar-los prèviament amb hidròxid de sodi o àcid clorhídric segons siguin de naturalesa àcida o bàsica. **(precaució: les neutralitzacions d'àcids o bases concentrats són molt exotèrmiques i poden provocar reaccions violentes i esquitxades).**

Dissolucions de metalls

Cal abocar-les als recipients destinats a la recollida de metalls que hi ha al laboratori. En cas d'estar segurs que no són perilloses es poden eliminar obrint l'aixeta de l'aigüera i abocant-los-hi lentament, de manera que es mesclin amb gran quantitat d'aigua. En el cas d'oxidants forts, que en presència de metalls reductors podrien provocar reaccions violentes, caldrà utilitzar els recipients especials disposats al laboratori.

Dissolucions de rentatge

Sovint s'utilitzen l'àcid nítric concentrat per a la neteja de gresols de porcellana o de placa filtrant, o la mescla cròmica ($K_2Cr_2O_7$ i H_2SO_4 o HNO_3) per a la neteja de material de vidre. Aquestes dissolucions poden ser utilitzades diverses vegades, per la qual cosa després de fer-les servir cal guardar-les en ampolles amb etiquetes que indiquin clarament el seu contingut.

2.5.3. Mesures de seguretat***Roba de laboratori***

- L'ús de la bata és obligatori.
- És millor dur sabates tancades.
- És aconsellable portar pantalons llargs i no dur mitges o mitjons de fibres sintètiques.

- Els cabells llargs comporten un risc: recolliu-vos-els.

Protecció dels ulls

- És obligatori l'ús d'ulleres de seguretat.
- No s'han de dur lents de contacte al laboratori, ja que poden contaminar-se molt fàcilment amb els vapors de l'ambient. A més, en cas d'esquitxades als ulls, el temps perdut per treure-se-les pot fer que es produeixin lesions importants.

Normes de treball

- **Està prohibit fumar, menjar i beure al laboratori.**
- **Mai no tasteu** cap producte químic ni cap mostra d'anàlisi.
- Procureu evitar el contacte dels productes químics amb la pell.
- No pipetegeu xuclant amb la boca. Utilitzeu els instruments per aspirar que heu de tenir a l'armariet.
- **Mai no inhaleu cap producte químic** si no sabeu de què es tracta i no esteu segurs de la seva innocuïtat.
- La manipulació de qualsevol producte que pugui desprendre vapors tòxics i/o corrosius caldrà fer-la a la vitrina de gasos.
- Quan escalfeu líquids, no ho feu mai en un recipient totalment tancat i comproveu que el recipient no té esquerdes. Si el líquid és inflamable, no utilitzeu cap flama per escalfar-lo i comproveu que no hi ha cap flama a prop. Si es poden desprendre gasos tòxics o corrosius, caldrà fer l'escalfament en una vitrina de gasos. Per tal d'evitar esquitxades en bullir, és convenient d'afegir porcellana porosa o boles de vidre, que faciliten una ebullició suau; freqüentment n'hi ha prou d'introduir una vareta de vidre dins del recipient.
- No feu mai cap experiment que no hagi estat autoritzat per un professor ni utilitzeu un aparell si abans no sabeu com funciona.
- En cas que vesseu cap producte químic, recolliu-lo immediatament. Utilitzeu els absorbents de què disposa el laboratori.
- Abans de sortir del laboratori i, si cal, també després de la manipulació de reactius perillosos, renteu-vos les mans amb sabó i molta aigua.

2.5.4. Actuacions en cas d'accident

Si patiu algun tipus de patologia que es pugui manifestar durant les pràctiques o que calgui tenir present en cas de patir un accident, es necessari que ho comuniqueu al professor. Aquesta informació serà tractada amb la màxima discreció.

Cremades

Renteu la zona afectada amb aigua freda corrent, durant uns 15 minuts. A continuació, si és petita, tracteu-la amb un esprai per a cremades. Si és més important, demaneu atenció mèdica.

- *Cremades per àcids*: Renteu la zona afectada amb aigua, sota l'aixeta, durant un mínim de 15-20 minuts. A continuació, tracteu la zona afectada amb una pasta de bicarbonat de sodi. Si cal, tracteu-la finalment amb un esprai per a cremades. Si la cremada és important, demaneu atenció mèdica.

En cas de contacte de l'àcid amb la roba, traieu-vos-la immediatament i feu el tractament indicat abans, utilitzant, si cal, la dutxa.

- *Cremades per àlcalis*: Renteu la zona afectada amb aigua, sota l'aixeta, durant un mínim de 15-20 minuts. A continuació, tracteu la zona afectada amb una dissolució d'àcid acètic a l'1%.

Si cal, tracteu-la finalment amb un esprai per a cremades. Si la cremada és important, demaneu atenció mèdica.

En cas de contacte de l'àlcali amb la roba, traieu-vos-la immediatament i feu el tractament indicat abans, utilitzant, si cal, la dutxa.

Esquitxades als ulls

És essencial actuar amb la màxima velocitat: normalment no es produeix cap lesió d'importància si es comença el tractament abans de 10 segons.

Renteu-vos els ulls amb aigua corrent durant un mínim de 15-20 minuts utilitzant els rentauells que hi ha al laboratori. És imprescindible mantenir els ulls oberts, amb l'ajut dels dits si cal. Després del rentatge, demaneu assistència mèdica i indiqueu al metge quin n'ha estat el producte responsable.

Talls

Renteu la ferida amb aigua corrent durant uns 10-15 minuts. Si el tall és petit i deixa de sagnar, renteu-lo amb sabó, comproveu que no hi ha partícules estranyes a l'interior i tapeu-lo amb un apòsit. Si el tall és gran i no para de sagnar, demaneu assistència mèdica.

Inhalació de productes químics

Conduïu la persona afectada a un lloc amb aire fresc. Si no ha perdut la consciència, només cal mantenir-la en observació. Procureu identificar el vapor responsable de la intoxicació i, si cal, demaneu assistència mèdica.

En cas de pèrdua de consciència, cal demanar assistència mèdica immediata.

Ingestió de productes químics

Normalment no s'arriba a la ingestió dels productes, i els danys es limiten a lesions a la boca.

En el cas que el producte només hagi arribat a la boca, renteu-vos-la amb molta aigua. Si es tracta d'un àcid o àlcali, feu el tractament corresponent a les cremades amb aquests productes.

En el cas d'empassar-se un reactiu tòxic o corrosiu, cal beure uns 250 ml d'aigua per tal de diluir-lo i demanar assistència mèdica immediata. És fonamental indicar al metge el compost químic ingerit. **MAI** no provoqueu el vòmit si el producte ingerit és corrosiu.

Foc al laboratori

Evacueu el laboratori al més aviat possible i vigileu d'avisar tothom.

Si el foc és petit, apagueu-lo amb un extintor adient o cobrint-lo amb un recipient de la mida adequada. Retireu els productes inflamables que es trobin al voltant del foc. **Mai no empreu aigua per extingir un foc provocat per la inflamació d'un dissolvent.**

Si el foc és gran, aïlleu-lo i tracteu d'apagar-lo amb els extintors adients. Si cal, aviseu els serveis d'extinció d'incendis.

Foc al cos

Si s'encén la roba, demaneu ajut immediatament. Estireu-vos a terra i rodoleu sobre vosaltres mateixos per tal d'apagar les flames.

És responsabilitat de tothom ajudar algú que s'està cremant: cobriu-lo amb una manta antifoc, porteu-lo fins a la dutxa de seguretat **si aquesta és molt a prop** o feu-lo rodolar per terra.

Mai no utilitzeu un extintor sobre una persona.

Un cop apagat el foc, demaneu assistència mèdica tan aviat com sigui possible.

2.5.5. Centres hospitalaris als quals es pot acudir en cas d'accident

En cas d'accident lleu, cal acudir al Servei Mèdic del Campus de Pedralbes, situat al soterrani de la Facultat de Biologia. Horari: de 8 del matí a 8 del vespre. Tel. 93 402 45 97.

En cas d'accident greu, telefoneu al **061**, que disposa d'ambulàncies equipades amb equips i personal d'assistència. Si la urgència del cas ho permet, aviseu el professor abans de telefonar.

2.5.6. Servei Nacional d'Informació Toxicològica

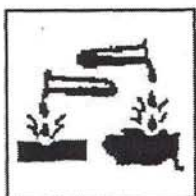
En cas d'intoxicació podeu demanar informació de les mesures que s'han de prendre al telèfon 91-5620420.

2.5.7. Símbols de perillositat



O: comburent

Les substàncies comburents en contacte amb substàncies inflamables originen una reacció fortament exotèrmica (KClO_3 , KMnO_4). Precaucions: eviteu-ne el contacte amb substàncies combustibles. Té un important risc d'inflamació.



C: corrosiu

El contacte amb substàncies corrosives destrueix teixits vius i altres materials (H_2SO_4 , Br_2). Precaucions: eviteu-ne el contacte amb la pell, els ulls i la roba. No n'inhaleu els vapors.



E: explosiu

Són productes que poden explotar sota l'efecte d'una flama o fricció (nitroglicerina).

Precaucions: eviteu la calor, els cops, la fricció, el foc i les espurnes.



T: tòxic

T+: molt tòxic

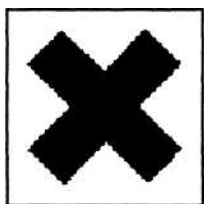
Són productes que inhalats, ingerits o en contacte amb la pell, provoquen lesions i fins i tot la mort (HCl , KCN). Precaucions: eviteu-ne el contacte.



F: inflamable

F+: molt inflamable

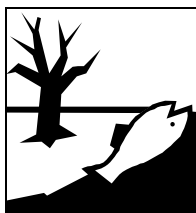
Són productes autoinflamables, fàcilment inflamables o que en contacte amb l'aigua generen gasos inflamables (sodi). Precaucions: mantingueu-los lluny de fonts de calor, espurnes i flames.



Xn: nociu

Xi: irritant

Són productes que actuen sobre la pell, els ulls i les mucoses en general. Irriten les vies respiratòries (amoníac, piridina). Precaucions: eviteu-ne el contacte amb els ulls i la pell, no n'inhaleu els vapors.



N: perillós
per al medi
ambient

Són productes que poden presentar un perill immediat o futur per a algun dels components del medi ambient. Cal emmagatzemar-los d'una forma apropiada i eliminar-ne les restes com un residu perillós.

2.6. BIBLIOGRAFIA

Els llibres següents són obres generals de Química Analítica que poden ser útils per consultar tant aspectes teòrics com pràctics relacionats amb l'assignatura Experimentació en Química Analítica:

- A.I. VOGEL: *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis*. 5a ed. Longman (1989).
- I.M. KOLTHOFF, E.B. SANDEL, E.J. MEEJAN, S. BRUCKENSTEIN: *Anàlisis Químic Cuantitativo*. 4a ed. Libreria y Editorial Nigar, S.R.L. (1969).
- F. BERMEJO MARTÍNEZ: *Química Analítica, General, Cuantitativa e Instrumental*. 7a ed. Paraninfo (1991).
- D.C. HAMS: *Anàlisis Químic Cuantitativo*. Grupo Editorial Iberoamérica (1992).
- D.A. SKOOG, D.M. WEST, F.J. HOLLER. *Química Analítica*. 6a ed. McGraw-Hill (1995).

Els llibres que s'indiquen a continuació són apropiats per consultar qüestions específiques de les tècniques instrumentals:

- D.T. SAWYER, W.R. HEINEMAN, J.M. BEEBE: *Chemistry Experiments for Instrumental Methods*. John Wiley & Sons (1984).
- H.H. WILLARD, L.L. MERRIT JR., J.A. DEAN, F.A. SETTLE JR.: *Métodos Instrumentales de Análisis*. Grupo Editorial Iberoamèrica (1991).
- D.A. SKOOG, J.J. LEARY: *Análisis Instrumental*. 4a ed. McGraw-Hill (1992).

Finalment, s'indica un llibre amb una orientació eminentment pràctica:

- J. GUITERAS, R. RUBIO, G. FONRODONA. *Curso Experimental en Química Analítica*. Editorial Síntesis (2003).