

LABORATORI I OPERACIONS BÀSIQUES DE LABORATORI: QUÍMICA MANUAL DE LABORATORI

M. Lluïsa Sagristá Grato Vil
Margarita Mora Giménez
Joan Carles Domingo Pedrol

Departament de Bioquímica i Biologia Molecular
Facultat de Biologia



UNIVERSITAT DE BARCELONA



TEXTOS DOCENTS

358

LABORATORI I OPERACIONS BÀSIQUES DE LABORATORI: QUÍMICA

MANUAL DE LABORATORI

M. Lluïsa Sagristà Grato Vil
Margarita Mora Giménez
Joan Carles Domingo Pedrol

Departament de Bioquímica i Biologia Molecular
Facultat de Biologia

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA



PREÀMBUL

Aquest text presenta la col·lecció de pràctiques de química que formen part de l'assignatura de Laboratori I del grau de Bioquímica i que es cursa al llarg del segon semestre dels nous ensenyaments de grau.

El manual inclou una introducció amb quatre annexos que contenen totes les consideracions, precaucions i normatives que l'alumnat que inicia els estudis universitaris en una facultat experimental ha de tenir sempre presents en realitzar qualsevol tasca experimental en un laboratori de química.

El contingut de les pràctiques està relacionat amb el programa de teoria de les assignatures de química que es cursen al llarg del primer i segon semestre, per tal que l'alumnat comprovi experimentalment alguns dels fets que constitueixen la matèria d'estudi.

Així, el text, estructurat en blocs que es corresponen amb les sessions de laboratori que es duen a terme, recull sis apartats que han de permetre treballar experimentalment sobre els continguts més rellevants desenvolupats en les classes teòriques dels programes de Química I i Química II del grau de Bioquímica. La selecció de les experiències que constitueixen el programa d'aquestes pràctiques s'ha realitzat de manera acurada per tal d'aconseguir una òptima relació entre teoria i pràctiques. L'alumnat ha de desenvolupar els experiments proposats, n'ha d'interpretar els resultats obtinguts i ha de saber justificar-los sobre la base dels coneixements teòrics.

El plantejament d'aquestes pràctiques té dos objectius primordials. El primer, proporcionar les bases i normes de treball en un laboratori a estudiants que han optat per un ensenyament experimental i que, per tant, al llarg dels seus estudis i, més tard, durant tota la seva vida professional, han de saber estar i treballar correctament en un laboratori. El segon és l'aprenentatge d'una matèria que requereix experiències per tal que l'alumnat pugui constatar i consolidar els coneixements introduïts en les classes teòriques corresponents a aquesta matèria.

ÍNDEX

A. INTRODUCCIÓ

1. Normes generals	11
2. Símbols de perillositat	13
3. Normes de seguretat	15
4. Gestió dels residus	17

B. PROGRAMA DE PRÀCTIQUES

SESSIÓ I	25
-----------------------	----

1. Introducció a les operacions bàsiques de laboratori	25
1.1. La pesada	25
1.1.1. Procediment	25
1.2. Les mesures volumètriques	26
1.3. Experiència pràctica: pesada i utilització correcta del material volumètric	28
2. Química orgànica	28
2.1. Síntesi orgànica	28
2.1.1. Esterificació	28
2.1.2. Saponificació	29
2.1.3. Procés de saponificació dels lípids i de formació d'emulsions	29
2.1.3.1. Fonament teòric	29
2.1.3.2. Procediment	29
2.2. Identificació de compostos orgànics	29
2.2.1. Fonament teòric	29
2.2.2. Determinació del poder reductor de monosacàrids i disacàrids	30
2.2.2.1. Fonament teòric	30
2.2.2.2. Procediment	30

SESSIÓ II	31
------------------------	----

1. Equilibris àcid-base	31
1.1. Fonament teòric	31
1.2. Indicadors àcid-base	31
1.3. Hidròlisi de les sals	32
1.4. Efecte de l'ió comú sobre l'equilibri iònic	32
2. Volumetria de neutralització	32
2.1. Fonament teòric i procediment	32

2.2. Preparació d'una dissolució de HCl de concentració aproximadament 0,5 M	34
2.3. Estandardització d'una dissolució patró de NaOH amb hidrogenofthalat de potassi	34
2.4. Valoració de la dissolució de HCl amb la dissolució estandarditzada de NaOH	36
SESSIÓ III	37
1. Dissolucions amortidores	37
1.1. Fonament teòric	37
1.2. Construcció de la corba de valoració de la glicina	37
1.2.1. Procediment	39
1.3. Preparació d'un tampó de glicina 0,1 M de pH 9,0	40
1.4. Efecte de la dilució i de l'addició d'àcids i de bases sobre el pH i la capacitat amortidora	40
SESSIÓ IV	41
1. Precipitació de biomolècules	41
1.1. Precipitació de proteïnes per acció del pH: obtenció de caseïna	41
1.1.1. Fonament teòric	41
1.1.2. Procediment	41
1.2. Precipitació d'ADN per acció de solvents orgànics: obtenció d'ADN de salmó	41
1.2.1. Fonament teòric	41
1.2.2. Procediment	42
2. Dissolucions d'electròlits i de no-electròlits	42
2.1. Fonament teòric	42
2.2. Preparació de dissolucions de concentració 0,1 M	43
2.3. Mesura de la conductivitat de les dissolucions d'electròlits i de no-electròlits	43
2.4. Variació de la conductivitat equivalent amb la dilució	44
3. Equilibris d'oxidació-reducció	44
3.1. Reaccions d'oxidació-reducció	44
3.1.1. Fonament teòric	44
3.1.2. Procediment experimental	45
3.2. Piles: processos i força electromotriu (fem)	45
3.2.1. Fonament teòric	45
3.2.2. Construcció i identificació dels processos en una pila	46
SESSIÓ V	49
1. Termodinàmica	49
1.1. Calors de reacció	49
1.1.1. Fonament teòric	49
1.1.2. Calor de neutralització	49
1.1.3. Calor de dilució	49
1.1.4. Calor de dissolució	50
1.1.5. Calor de cristal·lització	50
1.2. Determinació de l'entalpia molar de dissolució del NaOH sòlid	50
1.2.1. Fonament teòric	50
1.2.2. Mesures experimentals i càlculs	50
1.3. Comprovació de la Llei de Hess	51
1.3.1. Fonament teòric	51
1.3.2. Mesures experimentals i càlculs	52

2. Cinètica química	53
2.1. Factors que afecten la velocitat de reacció	53
2.1.1. Fonament teòric	53
2.1.2. Influència de la temperatura	54
2.1.3. Influència de la concentració	54
2.1.4. Influència d'un catalitzador	54
2.2. Determinació de la velocitat de reacció	54
2.2.1. Fonament teòric	54
2.2.2. Mesura de la velocitat de formació d'hidrogen en reaccionar el Zn amb HCl	55
 SESSIÓ VI	 57
1. Solubilitat i formació de complexos	57
1.1. Fonament teòric	57
1.2. Equilibris que generen compostos poc solubles	58
1.3. Dissolució de precipitats per formació de complexos	58
1.4. Efecte de la concentració de reactius en la formació de complexos	59
2. Equilibris de precipitació	59
2.1. Fonament teòric	59
2.2. Volumetria de precipitació	60
2.2.1. Valoració dels clorurs d'una aigua problema amb una dissolució estandarditzada de nitrat de plata	60

INTRODUCCIÓ

1. NORMES GENERALS

- 1) Cada sessió consta de 5 hores de treball al laboratori.
- 2) L'alumnat ha de llegir i estudiar, abans de cada sessió, la pràctica corresponent.
- 3) L'alumnat ha d'anotar les observacions i els càlculs corresponents al treball de cada sessió de pràctiques en la llibreta de laboratori. Aquesta feina s'ha de fer al laboratori, no a casa.
- 4) L'alumnat ha de portar per al seu ús personal:
 - Unes ulleres de seguretat
 - Una bata blanca
 - Un quadern de laboratori grapat
 - Un drap de cuina normal
 - Una capsa de llumins
 - Una pinça de fusta (d'estendre la roba)
 - Una espàtula prima (trobareu l'espàtula de les mides adequades a la cooperativa)
 - Un nucli magnètic d'1,5-2 cm de grandària
 - Un retolador de vidre
- 5) No s'han d'emprar quantitats de productes més grans de les indicades en les normes de cada pràctica, ja que han estat fixades d'acord amb la capacitat dels tubs de reacció i la durada dels experiments. No fer-ho així és una despesa inútil i una pèrdua de temps, i pot ser perillós.
- 6) L'alumnat, en acabar cada dia el treball de laboratori, ha de deixar:
 - El lloc de treball net i sec
 - Tot el material en condicions perquè pugui ser emprat immediatament
 - La col·lecció de reactius perfectament ordenada (les etiquetes de les ampolles porten dos nombres, un que indica el lloc de treball i l'altre l'ordre en la col·lecció de reactius)

2. SÍMBOLS DE PERILLOSITAT

E		Explosiu	Oxidant	O	
F		Fàcilment inflamable	Extremament inflamable	F+	
T		Tòxic	Molt tòxic	T+	
Xn		Nociu	Irritant	Xi	
T		Xn	Cancerigen, metastàtic	N	
C		Corrosiu			Perillós per al medi ambient

3. NORMES DE SEGURETAT

Talls i laceracions

Els talls amb vidres són un dels accidents més freqüents al laboratori en treballar amb termòmetres, tubs de vidre, etc.

En cas de produir-se un tall amb un material de vidre, s'ha de rentar bé la zona amb força aigua corrent. Si deixa de sagnar, s'ha de tapar aviat amb un apòsit adequat. Si el tall és profund i no para de sagnar, s'ha d'acudir immediatament al servei mèdic de la facultat.

Precaucions contra incendis

Per treballar amb dissolvents inflamables s'han d'observar les precaucions següents:

- Per escalfar, destil·lar i evaporar un dissolvent inflamable (èter etílic, benzè, èter de petroli, metanol, etc.) s'ha de fer servir un bany de vapor o una manta elèctrica, però mai el foc directe.
- Aquests productes s'han de conservar en armaris especials ben tapats. Durant el seu ús al laboratori s'han de mantenir lluny de qualsevol flama.
- Els líquids inflamables no s'han d'abocar al desguàs.

Extinció d'incendis

En cas d'incendi, els laboratoris disposen d'extintor, mantes de cotó, galledes de sorra, etc.

- Si es produeix un petit incendi, primerament s'han de tancar les aixetes del gas.
- Si l'incendi afecta la roba, cal allunyar la víctima del foc i embolicar-la amb una manta antifoc procurant que les zones incandescentes restin tapades.
- Si els recipients (matrassos, flascons, vasos, etc.) s'inflamen, cal tapar-los amb un drap mullat amb aigua.
- Si es vessen líquids inflamables damunt la taula i s'inflamen, s'han d'apagar amb sorra o amb extintors. Mai no s'ha de fer servir aigua si el líquid inflamable és insoluble en ella.

Cremades

Quan es produeixin cremades per contacte amb objectes calents o flames, s'ha de fer un tractament amb etanol, **MAI AMB AIGUA**, i després s'ha d'embenar la zona cremada. Si la cremada és important, cal portar l'accidentat al servei mèdic de la facultat. No s'han d'utilitzar cremes ni pomades grasses en cremades greus.

Protecció dels ulls

L'alumnat ha de portar posades les ulleres de seguretat durant tot el temps que estigui treballant al laboratori.

A més a més, s'han de tenir en compte les recomanacions següents:

- Quan es produeixi una reacció en un matràs o en un tub d'assaig no s'ha de mirar mai per damunt de la boca del recipient.
- Si algun esquitx arriba accidentalment a l'ull, cal fer ràpidament (menys de 15 segons) el tractament que s'indica a continuació: rentar primer l'ull amb molta aigua en una banyereta d'ulls, i tot seguit, amb una dissolució de bicarbonat de sodi a l'1% quan l'esquitx hagi estat produït per àcids. En cas d'un esquitx amb un líquid alcalí, el segon rentat s'ha de fer amb aigua de brom o amb una dissolució d'àcid bòric. Tot seguit cal aplicar-hi un col·liri i portar l'accidentat al servei mèdic de la facultat.

– No s’han de dur mai lents de contacte en un laboratori, ja que en el cas d’un accident els productes químics esquitxats als ulls o els seus vapors poden passar darrere de les lents i provocar lesions als ulls abans de poder-les retirar.

Mescles explosives

La mescla d’agents reductors amb agents oxidants forts s’ha de fer en petites quantitats i amb unes precaucions extraordinàries.

Precaucions generals

S’han de seguir sempre amb molta cura les normes generals que s’indiquen tot seguit:

– En el cas d’haver de diluir àcid sulfúric, les precaucions han de ser màximes. La dilució es farà **SEMPRE** abocant l’àcid sobre l’aigua, lentament i agitant-ho.

– Si l’àcid sulfúric cau sobre la pell, s’ha de rentar la zona amb aigua, i després amb carbonat o bicarbonat de sodi. Finalment s’ha de cobrir la part afectada, si és possible, amb una lleugera capa de la pomada que hi ha a la farmaciola d’urgència del laboratori (liniment oleocalcari o un de semblant).

– Les ferides produïdes per altres àcids (nític, clorhídric, etc.) s’han de rentar amb aigua i una dissolució diluïda de bicarbonat de sodi.

– En el cas d’alcalis, la zona afectada s’ha de rentar amb força aigua corrent, i després amb una dissolució saturada d’àcid bòric o acètic a l’1%. Tot seguit, la zona afectada s’ha d’assecar i cobrir amb una pomada d’àcid tànnic.

– Les cremades de brom s’han de tractar amb benzè o gasolina.

– Les cremades provocades per substàncies orgàniques (del tipus del fenol, etc.) s’han de rentar amb alcohol, aigua i sabó.

– Quan s’hagi d’escalfar un tub d’assaig, s’ha de fer inclinant el tub i escalfant la part superior del líquid, mai el fons. S’ha de procurar no apuntar als companys ni a un mateix.

– Els flascons o botelles que continguin gasos nocius s’han d’obrir sempre a la vitrina, mai a la taula de treball.

– Les aixetes (d’aigua, de gas, etc.) que no s’estiguin usant s’han de mantenir sempre tancades.

– Els materials inservibles com ara materials insolubles, papers de filtre, llumins apagats, etc., s’han de llençar als cubells, mai al desguàs.

– No s’ha de treballar sol al laboratori, ja que en cas d’accident no es podria rebre l’ajut necessari, cosa que podria tenir conseqüències molt greus.

Vitrines

Les reaccions en què hi hagi producció de qualsevol gas o vapor s’han de fer, sempre, a les vitrines, amb l’extractor funcionant i la guillotina tan baixa com es pugui. L’atmosfera del laboratori cal que estigui com més neta millor.

Important

Està prohibit fumar al laboratori.

Està prohibit menjar i beure al laboratori, ja que hi ha la possibilitat que els aliments o les begudes es contaminin. Després de realitzar un experiment i abans de sortir del laboratori cal rentar-se sempre les mans.

4. GESTIÓ DELS RESIDUS

Sabeu què heu de fer amb els vostres residus?

A les facultats de Ciències Experimentals estem treballant per a una correcta gestió mediambiental. Per això necessitem la vostra col·laboració.

Abans de llençar qualsevol producte que utilitzeu o sintetitzeu durant les pràctiques, llegiu amb atenció les següents instruccions sobre com gestionar de forma adient els vostres residus.

Recordeu que la realització correcta d'una pràctica implica no només la síntesi d'un determinat producte o la realització d'una determinada anàlisi, sinó també la correcta gestió dels residus que es generen.

Seguint aquestes senzilles instruccions, a més de familiaritzar-vos amb les pràctiques de bona gestió ambiental que es realitzen actualment a qualsevol empresa química, contribuïreu a conservar allò que tant necessitem: el medi ambient.

Tipus de residus que podeu generar al laboratori on us trobeu

Residus perillosos o especials

Són els residus químics i el material contaminat amb productes químics, com ara guants, paper, vidre, etc. Aquest tipus de residus necessiten un tractament específic, raó per la qual no es poden llençar a les escombraries.

Residus banals

Es tracta de material no contaminat amb productes químics. Alguns d'aquests residus es poden reciclar. És el cas del paper, el vidre i els recipients lleugers (plàstic i llaunes), que es recolliran de manera selectiva. La resta de residus banals es consideraran com la fracció de rebuig, i es llençaran a les escombraries.

On són els contenidors de residus?

Al laboratori trobareu diferents contenidors per a la correcta recollida de residus:

- Contenidors per a residus químics en estat líquid de naturalesa diferent.
- Contenidors per a residus químics en estat sòlid de naturalesa diferent.
- Contenidors on poder dipositar paper contaminat amb productes químics i guants.
- Contenidors per a recipients lleugers (alumini i plàstic no contaminat amb productes químics).
- Contenidors per a vidre net (no contaminat amb productes químics).
- Contenidors per a vidre contaminat amb productes químics (que no sigui punxant).
- Contenidors per a material punxant contaminat amb productes químics (hi heu de dipositar el vidre contaminat que sigui punxant, com capil·lars de vidre, pipetes Pasteur, etc.).
- Distribuïts pel laboratori trobareu també contenidors per a paper no contaminat amb productes químics (com ara fulls de llibreta, per exemple).
- El laboratori disposa també d'un contenidor de residus per a la fracció de rebuig.

Què heu de fer amb els residus químics que genereu?

Als laboratoris de les facultats de Ciències Experimentals es genera un volum petit de residus, comparat amb qualsevol indústria química, però la varietat d'aquests residus és molt gran. Això suposa un problema a l'hora de fer la recollida selectiva d'aquests residus, ja que, com sabeu, molts productes químics no es poden barrejar perquè poden reaccionar entre ells.

Per aquesta raó, a les zones del laboratori destinades a la recollida selectiva de residus químics (líquids i sòlids) trobareu diversos contenidors, convenientment etiquetats amb el nom dels residus que s'hi poden abocar i la seva perillositat. Abans d'abocar qualsevol residu llegiu amb atenció l'etiqueta del contenidor.

Al laboratori només trobareu contenidors per als tipus de residus químics que genereu, que corresponen als grups següents:

Categories de residus	Color de l'etiqueta
Compostos halogenats	taronja
Compostos no halogenats	verd
Solucions orgàniques o d'alta DQO	blau cel
Compostos inorgànics	groc
Àcids inorgànics	vermell
Bases inorgàniques	blau
Sòlids contaminats / envasos contaminats	lila
Bioperil·losos (sanitaris grup III)	gris

Com veureu durant les pràctiques, en alguns casos, les característiques dels residus químics que es generen permeten abocar-los directament al desguàs. En altres casos, haureu d'efectuar un senzill tractament dels residus per tal d'eliminar o reduir la seva peril·lositat. És el cas, per exemple, dels residus d'àcids o de bases, que es poden neutralitzar. Per fer-ho, haureu d'utilitzar les solucions que trobareu preparades al laboratori.

Molt important:

- Gestioneu els vostres residus immediatament després de generar-los. D'aquesta manera evitareu possibles confusions i accidents.
- Els residus sòlids i els líquids s'han de recollir sempre separadament, sense mesclar-los.
- Per evitar possibles reaccions no desitjades, els residus s'han de segregar únicament segons la classificació establerta: no feu mescles de residus que pertanyin a diferents categories.
- Per motius de seguretat, els contenidors de residus s'han de mantenir sempre tancats: quan acabeu d'abocar-hi un residu, tanqueu-lo immediatament.
- No ompliu mai els contenidors de residus més d'un 90% de la seva capacitat. D'aquesta manera evitareu possibles accidents per esquixades, vessaments o sobrepressions. Si observeu que algun contenidor ja s'ha omplert fins al nivell de seguretat, comuniqueu-ho al professorat assignat a les pràctiques per tal que el reemplaci per un de nou.
- En el cas de vessament accidental d'un residu, si es tracta d'un sòlid l'haureu de recollir amb molta cura, evitant el contacte amb la pell. Si el vessament és de mercuri, al laboratori ha d'existir un absorbent específic per a mercuri. En el cas de vessament de líquids, al laboratori trobareu tres tipus d'absorbents: un per a àcids, un per a bases i un per a dissolvents orgànics. Consulteu el PNT sobre la utilització del *kit* de reactius per a vessaments al laboratori.
- En cas que observeu qualsevol deficiència, comuniqueu-la immediatament al professorat assignat a les pràctiques.

Recordeu que, al laboratori, compartiu equips, materials i espai amb la resta d'alumnat. Per tant, de tots els elements de seguretat, el més important és la vostra actitud personal.

Gestió dels residus generats en cada sessió de pràctiques

SESSIÓ I

Residus	Tractament
Solució aquosa de glucosa	Aboqueu-la al desguàs amb excés d'aigua
Solució aquosa d'etanol amb benzoat etílic	Aboqueu-la al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Solució alcohòlica bàsica de sabó	Aboqueu-la al contenidor de <i>compostos no halogenats</i>
Solució d'oli i NaOH	Aboqueu-la al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Barreges oli-sabó	Aboqueu-les al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Emulsió de sabó i HCl	Aboqueu-la al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Emulsió de sabó i Na ₂ SO ₄	Aboqueu-la al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Solucions amb test de Felhing positiu	Aboqueu-les al contenidor de <i>compostos inorgànics</i> (residus sòlids de metalls pesants i d'altres metalls)
Solucions amb test de Felhing negatiu	Aboqueu-les al contenidor de <i>compostos inorgànics</i> (solucions de metalls pesants i d'altres metalls)

SESSIÓ II

Residus	Tractament
Solucions aquoses neutres, àcides i bàsiques amb indicador	Aboqueu-les al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Solucions de Na_2CO_3 , de NaHCO_3 i de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ amb indicador	Aboqueu-les al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Solució bàsica de NH_3	Aboqueu-la al contenidor de <i>bases inorgàniques</i> (solucions de compostos amoniacals)
Solució bàsica amb MgCl_2	Aboqueu-la al contenidor de <i>bases inorgàniques</i> (solucions d'òxids i hidròxids)
Restes de HCl de la valoració	Aboqueu-les al contenidor d' <i>àcids inorgànics</i>
Restes de NaOH de la valoració	Aboqueu-les al contenidor de <i>bases inorgàniques</i> (solucions d'òxids i hidròxids)
Solucions valorades de HCl i de $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$ amb indicador	Aboqueu-les al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)

SESSIÓ III

Residus	Tractament
Solucions de la corba de valoració de la glicina amb indicador	Aboqueu-les al contenidor de <i>solucions orgàniques o d'alta DQO</i> (demanda química d'oxigen)
Restes de NaOH de la valoració	Aboqueu-les al contenidor de <i>bases inorgàniques</i> (solucions d'òxids i hidròxids)
Tampó de glicina	Aboqueu-lo al contenidor de <i>compostos no halogenats</i> (dissolucions de compostos orgànics)
Solucions aquoses amb HCl	Aboqueu-les al contenidor d' <i>àcids inorgànics</i>
Solucions aquoses amb NaOH	Aboqueu-les al contenidor de <i>bases inorgàniques</i> (solucions d'òxids i hidròxids)
Paper indicador de pH	Aboqueu-lo al contenidor de <i>sòlids contaminats</i>