

Εργαστηριακό Τετράδιο (Laboratory Notebook, Lab-book)

Σημαντικότητα Εργαστηριακού Τετραδίου

Το εργαστηριακό τετράδιο θα πρέπει να αποτελεί την αμέσως επόμενη πιο σημαντική προτεραιότητα κάθε πειραματικού Χημικού, μετά από το ίδιο το πείραμα. Δεν πρόκειται απλά για ένα σημειωματάριο καταγραφής συνθηκών και δεδομένων, αλλά για το αλληλεπιδραστικό/ζωντανό μέσο αποτύπωσης κάθε ιδιαιτερότητας, παρατήρησης και συλλογισμού του αναλυτή, σε πραγματικό χρόνο εξέλιξης του πειράματος. Ο ρόλος και η χρησιμότητα του lab-book δεν περιορίζονται στην εντός εργαστηρίου χρήση του, την κατασκευή διαγραμμάτων από τα καταγεγραμμένα δεδομένα ή την απλή ανάκληση των πειραματικών συνθηκών στη μνήμη του αναλυτή. Ο πλούτος της πληροφορίας που περιέχει ένα οργανωμένο και λεπτομερειακά τηρηθέν lab-book δύναται να αξιοποιηθεί περαιτέρω στην ερμηνεία των παρατηρούμενων φαινομένων, την κατανόηση ενδεχόμενων απροσδόκητων συμπεριφορών, καθώς επίσης στην αντιμετώπιση προβλημάτων και τη στοχευμένη σχεδίαση πειραμάτων, για την εις βάθος και ακριβέστερη κατανόηση των προς μελέτη αντικειμένων. Συνεπώς, όπως γίνεται αντιληπτό, η ορθή τήρηση του lab-book είναι αναπόσπαστο και αδιαίρετο μέρος της ποιοτικής έρευνας και συνακόλουθα το ζητούμενο και ενδεχόμενα, ως ένα ορισμένο σημείο, το μέτρο για οποιονδήποτε **καλό** πειραματικό χημικό.

Δομή Εργαστηριακού Τετραδίου

Πριν το Εργαστήριο.

1. Τίτλος Πειράματος, Ημερομηνία, Εργαστηριακή Ομάδα

Παράδειγμα:

23 Σεπτεμβρίου 2015

Φασματοσκοπία Υπερύθρου

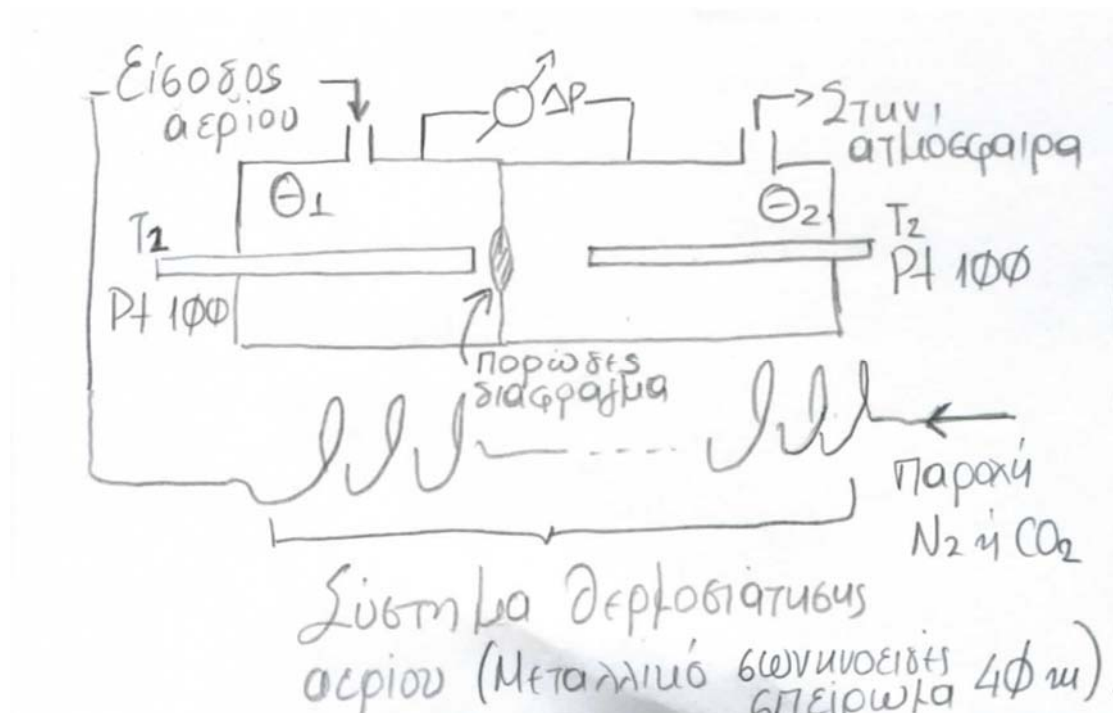
Ομάδα Δ1: Χριστόπουλος Μιχάλης (Α.Μ.: 1), Μαυροδήμου Ελένη (Α.Μ.: 2)
Κωνσταντίνου Νίκος (Α.Μ.: 3), Παπαδόπουλος Γιώργος (Α.Μ.: 4)

2. Αντικείμενο και Σκοπός Πειράματος

Σε έκταση 1-2 παραγράφων περιγράφεται συνοπτικά, αλλά με ακρίβεια, το αντικείμενο και ο σκοπός του πειράματος. Επίσης, αναφέρονται τα μεγέθη που θα προσδιοριστούν, το εύρος των συνθηκών (π.χ. Πίεση και θερμοκρασία) και η μέθοδος/πειραματική διάταξη που θα χρησιμοποιηθεί.

3. Οργανολογία

Σχηματική Απεικόνιση Πειραματικής Διάταξης (block-diagram)



Ένα απλό περιγραμματοσκόπιο των βασικών μερών από τα οποία απαρτίζεται η πειραματική διάταξη, με ένθετη αρίθμηση και χρήση κεφαλίδων για την περιγραφή τους, σημειώνοντας με ① το κεντρικό τμήμα της διάταξης, δηλαδή το χώρο που συμβαίνει το φαινόμενο που μελετάται, π.χ., αντιδραστήρας. Στη συνέχεια, περιγράφονται τα επιμέρους τμήματα, με λογική σειρά, βάσει της ροής του πειράματος, εξηγώντας το σκοπό που υπηρετούν.

Παράδειγμα:

① Θάλαμος αδιαβατικής εκτόνωσης αερίων, διαμεριζόμενος εσωτερικά, μέσω πορώδους διαφράγματος (ρόλο εμπόλου), σε δύο υποθαλάμους (Θ1 και Θ2). Ο θάλαμος είναι κατασκευασμένος από γυαλί, ώστε η παρατηρούμενη μεταβολή να συμβαίνει ισοενθαλπικά. Ο Θ2 εκτίθεται σε εργαστηριακή πίεση και θερμοκρασία, μέσω ανοικτής εξόδου και πρόκειται για το χώρο χαμηλής πίεσης, ενώ στον Θ1 ή χώρος υψηλής πίεσης εισάγεται ρυθμιζόμενη παροχή του εκάστοτε επιθυμητού αερίου (N_2 ή CO_2).

②

③

Σημείωση: Κατά την ώρα της εργαστηριακής άσκησης, οι εκπαιδευόμενοι φοιτητές θα πρέπει να διευκρινίσουν και να κατανοήσουν σε βάθος το ρόλο που υπηρετούν τα

επιμέρους στοιχεία, από τα οποία απαρτίζεται η διάταξη και να βελτιστοποιήσουν την περιγραφή τους στην αναφορά που θα συγγραφεί μετά το πέρας του πειράματος. Ως εκ τούτου, είναι σημαντικό, τόσο να συζητηθεί με τους μεταπτυχιακούς, το εν λόγω σχήμα, όσο και να σημειώσουν εντός του εργαστηριακού τετραδίου, τα όποια κενά, ως προς τη μορφή ή την κατανόηση είχε η αρχική του έκδοση.

3. Πειραματική Διαδικασία

Στο τμήμα αυτό του εργαστηριακού οδηγού περιγράφεται με ακρίβεια και χωρίς πλατειασμούς η πειραματική διαδικασία που ακολουθείται. Επιπρόσθετα αυτού, εν τη ροή της περιγραφής, περιγράφονται επίσης τα μεγέθη που θα μετρηθούν, η φυσική τους σημασία και το όποιο θεωρητικό υπόβαθρο απαιτείται για την κατανόησή τους και τον προσδιορισμό τους.

Παράδειγμα: Στο πείραμα της Απορρόφησης υπεριώδους ορατού θα μετρηθεί η απορροφητικότητα A , για δεδομένες συγκεντρώσεις χρωστικών ουσιών. Το φυσικό φαινόμενο που περιγράφει τη διαδικασία είναι η απορρόφηση ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας, στο παρατηρούμενο εύρος μήκους κύματος, από τα προπαρασκευασμένα διαλύματα. Η ένταση της απορρόφησης (Απορροφητικότητα) περιγράφεται από το νόμο των Beer-Lambert:

$$A = \varepsilon(\lambda) \times l \times [M]$$

Όπου, A , η απορροφητικότητα και εκφράζεται μέσω του αρνητικού δεκαδικού λογαρίθμου της διαπερατότητας ($-\log(T)$, $T = I_0/I_f$ και I_0 , η ένταση της ακτινοβολίας που φτάνει στον ανιχνευτή απουσία της χρωστικής ουσίας και I_f , η ένταση που φτάνει στον ανιχνευτή για δεδομένη συγκέντρωση διαλύματος), $\varepsilon(\lambda)$, ο μοριακός συντελεστής απορροφητικότητας που αποτελεί το μέτρο ισχύος της αλληλεπίδρασης συγκεκριμένου μήκους κύματος, λ , της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας με τη χρωστική και αποτελεί εγγενή ιδιότητα της ύλης ($M^{-1} \text{ cm}^{-1}$), l , η οπτική διαδρομή που αφορά στο μήκος που διανύει το φως αλληλεπιδρώντας με την εκάστοτε χρωστική (cm) και $[M]$, η συγκέντρωση της χρωστικής στο διάλυμα (M).

Δόμηση Περιεχομένων Πίνακα:

Στο τελευταίο στάδιο της συγκεκριμένης ενότητας, οι φοιτητές θα πρέπει να αναφέρουν τα μεγέθη που θα προσδιοριστούν και πως αυτά προκύπτουν από τις αρχικά μετρούμενες ποσότητες (συναρτήσεις-εξάρτηση), ώστε στο επόμενο στάδιο και εντός της εργαστηριακής ώρας να είναι προετοιμασμένοι, κατά το δυνατόν, για την κατασκευή των πινάκων και ακολούθως των διαγραμμάτων. Μέσω της κατασκευής γραφημάτων κατά την εξέλιξη της εργαστηριακής άσκησης γίνεται εφικτός ο έλεγχος του πειράματος και των συνθηκών του σε πραγματικό χρόνο,

καθώς επίσης και η αξιολόγηση των μετρούμενων τιμών των φυσικών ποσοτήτων, που αποτελούν το αντικείμενο της εκάστοτε εργαστηριακής άσκησης.

Στο Εργαστήριο.

4. Αποτελέσματα και Καταγραφή τους

a. *Καταγραφή εργαστηριακών παραμέτρων.* Αρχικά και ενίοτε κατά τη διάρκεια των εργαστηριακών ασκήσεων καταγράφονται οι συνθήκες που επικρατούν στο χώρο εργασίας (ambient conditions ή laboratory conditions), όπως η εργαστηριακή πίεση, P_{lab} και θερμοκρασία, T_{lab} , καθώς και επιπρόσθετες εργαστηριακές συνθήκες που απαιτούνται στην κάθε άσκηση, π.χ., επίπεδο υγρασίας. Πέρα από τις συνθήκες καθεαυτές, καταγράφεται και το όριο εμπιστοσύνης (αβεβαιότητα) των μετρούμενων ενδείξεων, π.χ. $P_{lab} = 1013 \pm 2$ mbar. Σε ορισμένες εργαστηριακές ασκήσεις απαιτείται η συνεχής παρακολούθηση και καταγραφή των εργαστηριακών συνθηκών, οπότε θα πρέπει να καταγράφονται και αυτές σε κάποια από τις στήλες του πίνακα. Αν δεν μεταβάλλονται σημαντικά ή το πείραμα δεν είναι ιδιαίτερα ευαίσθητο σε αυτές, δύναται η καταγραφή τους να γίνει στην αρχή, τη μέση και το τέλος του πειράματος, οπότε σε αυτή την περίπτωση δεν περιέχονται σε στήλες στον πίνακα.

b. *Καταγραφή εργαστηριακών παραμέτρων/συνθηκών.* Στην πλειονότητα των εργαστηριακών ασκήσεων, οι συνθήκες του πειράματος ρυθμίζονται και καθορίζονται από τον αναλυτή. Συνεπώς, θα πρέπει να περιέχονται είτε στο εργαστηριακό τετράδιο, **πάντα** με τις αβεβαιότητές τους, ως απλή αναφορά, αν είναι σταθερές είτε να καταγράφονται σε στήλες πίνακα, αν μεταβάλλονται κατά τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας. Βοηθητικό στάδιο για την κατασκευή πινάκων αποτελεί το τελευταίο σημείο της πειραματικής διαδικασίας (*Δόμηση Περιεχομένων Πίνακα*), κατά την προετοιμασία του εργαστηριακού τετραδίου, πριν τη διεξαγωγή του πειράματος. Στους πίνακες, αναγράφονται ως κεφαλίδες κολόνων τα φυσικά μεγέθη που μετρούνται, οι αβεβαιότητές τους, καθώς και οι μονάδες τους. Λόγω περιορισμού χώρου, οι μονάδες των ποσοτήτων μπορούν να μπου σαν υποσημείωση στο τέλος του πίνακα με την κατάλληλη επισήμανση της παραπομπής εντός του κελιού του πίνακα που αναφέρονται.

c. *Υποσημειώσεις Πίνακα.* Κατά τη διεξαγωγή του πειράματος, συχνά, ορισμένες μετρήσεις εμφανίζουν ιδιαιτερότητες ή περίεργη συμπεριφορά, εξαιτίας απρόσμενων φαινομένων που αποκλίνουν από τον αρχικό σχεδιασμό του πειράματος. Για παράδειγμα, κατά τη μέτρηση της θερμοκρασίας σε μία μέτρηση, ενδέχεται να ακούμπησε κάποιος το θερμοζεύγος ή να έπεσε η τάση του ρεύματος και η ένδειξη που αναγνώστηκε να οδήγησε σε περίεργη τιμή της. Σε αυτές τις περιπτώσεις, αλλά και εν γένει, σε περιπτώσεις όπου ο αναλυτής παρατηρεί κάτι ιδιαίτερο σε κάποια μέτρηση ή δοκιμάζει κάτι διαφορετικό, οφείλει να το επισημάνει εντός του πίνακα με κωδικοποιημένο σύμβολο ή αρίθμηση και να προσθέσει υποσημείωση κάτω από τον πίνακα.

d. *Γενικές Παρατηρήσεις / Σημειώσεις / Σχόλια.* Το τελευταίο και μείζονος σημασίας περιεχόμενο του εργαστηριακού τετραδίου είναι οι γενικές παρατηρήσεις, απορίες και σχόλια του ίδιου του αναλυτή, που προκύπτουν κατά τη διάρκεια της εργαστηριακής άσκησης. Η συγκεκριμένη ενότητα είναι εξαιρετικά σημαντική, καθώς θα αποτελέσει το σημείο αναφοράς και διασύνδεσης για τον αναλυτή με το ίδιο το πείραμα, κατά τη συγγραφή της τελικής αναφοράς. Επίσης, θα βοηθήσουν τον αναλυτή να κατανοήσει και να ερμηνεύσει φαινόμενα που παρατηρούνται στο συγκεκριμένο πείραμα, τα οποία θα πρέπει να παρουσιαστούν στην εργαστηριακή αναφορά. Επισημαίνεται ότι το κάθε πείραμα είναι μοναδικό και συνεπώς οι παρατηρήσεις/σχόλια/συμπεράσματα του κάθε αναλυτή είναι επίσης μοναδικά και δεν είναι δυνατόν να προκύψουν κατόπιν της διεξαγωγής του πειράματος, παρά μόνο αν έχουν γίνει οι κατάλληλες επισημάνσεις.