

INTRODUCCIÓN

1. NORMAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

El laboratorio es un lugar de trabajo donde si no se guardan unas normas de seguridad básicas pueden ocurrir accidentes causados por descuidos o falta de atención. Por ello, es necesario poner mucha atención y precaución a la hora de trabajar en el laboratorio, siguiendo en todo momento las normas de seguridad que se indican a continuación.

1.1. Precauciones contra cortes

Los cortes ocasionados por el material de vidrio y, sobre todo, por varillas de vidrio al romperse, son los accidentes de laboratorio más frecuentes. Éstos tienen lugar habitualmente cuando se introduce un tubo de vidrio o un termómetro en el orificio hecho en un tapón. Se deben seguir, por tanto, las siguientes normas:

- a) El agujero en el tapón se debe hacer del tamaño adecuado.
- b) Las manos se deben proteger con un paño.
- c) La varilla se debe introducir en el orificio con un movimiento de giro lento, y aplicando una presión suave.
- d) Nunca se debe utilizar una tubuladura lateral o cualquier tubo curvado como palanca para aplicar una presión excesiva.
- e) El vidrio caliente debe dejarse apartado hasta que se enfríe. Si se tienen dudas de que el vidrio esté caliente o no, se deben utilizar unas pinzas para manejarlo.
- f) No se debe usar nunca un equipo de vidrio que esté agrietado o roto.

1.2. Precauciones contra incendios

Debe tenerse siempre en cuenta que muchos de los disolventes que se utilizan en el laboratorio de Química Orgánica son inflamables. Por tanto se deben seguir las siguientes precauciones:

- a) Los disolventes orgánicos inflamables se deben calentar siempre en una placa calefactora, a ser posible dentro de un baño de sili-

- cona, o en una manta calefactora. **Nunca** se deben calentar directamente sobre un mechero Bunsen.
- b) Los disolventes inflamables se deben guardar en matraces cerrados en vez de en vasos abiertos.
 - c) Los matraces que contengan disolventes inflamables se deben mantener lejos de los mecheros Bunsen (de gas) encendidos.
 - d) Tampoco las botellas con disolventes inflamables se dejarán sobre la mesa de trabajo cerca de los mecheros encendidos. Se deberán dejar siempre en los sitios destinados para los mismos, en armarios laterales o estanterías.
 - e) Nunca se deben verter líquidos inflamables en las pilas.

1.3. Extinción de incendios

Todos los laboratorios están provistos de un cierto número de extintores de incendios, que pueden ser de distintos tipos. Para la extinción de incendios es importante:

- a) Conocer de antemano la localización y el uso de los extintores.
- b) Si no se dispone de un extintor, **nunca** hay que apagar el fuego añadiendo agua. Se debe emplear una manta o arena.

1.4. Protección de los ojos

Se deben llevar **gafas protectoras siempre**. Las salpicaduras son relativamente frecuentes y los ojos son muy sensibles hacia casi todos los reactivos. Se deben utilizar en el laboratorio tanto si se está llevando a cabo un experimento o reacción como si no, ya que en cualquier momento puede producirse una salpicadura de los reactivos o de los disolventes. Debe evitarse sobre todo, mirar directamente por la boca de los tubos de ensayo o de los matraces cuando se está realizando una reacción.

1.5. Mezclas explosivas

Los agentes oxidantes fuertes y los productos fácilmente oxidables (agentes reductores) deben mezclarse con gran cuidado y en cantidades pequeñas. Nunca debe añadirse ácido nítrico a un matraz que contenga alcohol o cualquier otro producto fácilmente oxidable. La reacción entre el ácido nítrico y los agentes reductores orgánicos puede ser tan violenta que vaya acompañada de una explosión peligrosa.

1.6. Identificación y etiquetado de productos peligrosos

Los riesgos químicos pueden ser debidos bien a factores intrínsecos a los propios productos o bien a factores externos a los mismos por las condiciones en que se utilizan, ya sea por fallos en las instalaciones o equipos, o por un comportamiento humano inadecuado, debido al desconocimiento de la peligrosidad del producto o por falta de formación.

Un punto clave para la actuación preventiva ante las sustancias químicas radica en que toda persona que pueda verse expuesta a ellos tenga la información necesaria que le permita conocer su peligrosidad y las precauciones a seguir en su manejo. Esto se consigue con dos formas fundamentales de información: el correcto *etiquetado* de los envases y *las fichas informativas de seguridad* correspondientes.

Los envases con productos intermedios o restos de trasvases, así como los que contengan cualquier residuo, deben etiquetarse de forma que se dé la información necesaria sobre su contenido y peligrosidad.

- La **etiqueta** de un producto químico peligroso debe contener información sobre:
 - Nombre de la sustancia o preparado. En preparados, nombre de algún componente, según concentración y toxicidad.
 - Nombre, dirección y teléfono del fabricante o comercial.
 - Pictogramas normalizados. Símbolos de peligrosidad pintados en negro sobre fondo amarillo-naranja. Máximo de dos por etiqueta.
 - Riesgos específicos del producto derivado de su manipulación. Frases R.
 - Consejos de prudencia. Frases S.
 - Número CEE, en caso de estar asignado en el EINECS o ELINCS.

Se debe evitar escribir etiquetas a mano y procurar que la legibilidad de la etiqueta y su adherencia al envase no se deterioren con facilidad.

Nunca se debe poner la indicación “NO TÓXICO”.

1.7. Precauciones generales

- a) Las reacciones en las que se desprenden gases tóxicos o molestos se deben realizar en una vitrina. Asimismo se realizarán en vitrina

- aquellas reacciones que impliquen el uso de reactivos tóxicos, malolientes, irritantes o simplemente molestos.
- b) Los grifos de agua y las salidas de gas deben estar siempre cerradas, excepto cuando se estén usando.
 - c) Los residuos insolubles, como papeles de filtro usados, trozos de varilla de vidrio, tapones de corcho etc., se deben echar en los cubos de basura correspondientes especialmente marcados en el laboratorio. Nunca se deben echar en la pila.
 - d) No se debe sacudir, describiendo un arco, una probeta o cualquier otro objeto de vidrio para secarlos por fuerza centrífuga. El salpicar a los compañeros de esta forma no tiene excusa.
 - e) Es fundamental ser limpio en el trabajo. Si se derrama cualquier líquido sobre la mesa o el suelo se deberá limpiar inmediatamente.
 - f) Nunca se debe calentar un sistema completamente cerrado, ni tampoco montar un aparato completamente cerrado, sobre todo si se va a desprender algún gas. Siempre se debe dejar un orificio o una salida del tamaño adecuado.
 - g) Muchas de las inundaciones que ocurren en las mesas de trabajo se originan al saltar una de las gomas que conducen agua a través de un refrigerante debido a la fuerte presión de la corriente de agua; generalmente con una corriente de agua suave se consigue la refrigeración necesaria.
 - h) Los disolventes orgánicos no deben tirarse nunca por la pila. Existen en el laboratorio bidones especiales adecuadamente etiquetados para recoger los residuos de reacción y disolventes.
 - i) Tampoco deben tirarse por la pila disoluciones de ácidos o bases concentradas. Estas disoluciones deben ser diluidas con una gran cantidad de agua para finalmente tirarlas por la pila con mucho cuidado.

Por último, **NUNCA un alumno trabajará solo en el laboratorio** sin la supervisión de un profesor.

2. OBSERVACIONES AL ALUMNO

El fin principal de este manual de prácticas consiste en enseñar al alumno los principios experimentales básicos en los que se fundamenta la Química Orgánica. Para ello es muy importante que cada alumno prepare

y estudie cada práctica **antes de llegar al laboratorio**. Esto se debe hacer de la siguiente manera:

- a) Estudiando los principios teóricos que se desarrollen en la práctica.
- b) Anotando en el cuaderno de laboratorio todo el material y los productos necesarios, indicando las cantidades que se van a utilizar con el fin de tener los cálculos realizados antes de comenzar la práctica.
- c) Escribiendo en el cuaderno el procedimiento que se va a seguir y formulando todas las reacciones ajustadas del proceso, indicando además el mecanismo si se conoce.

3. NORMAS PARA LA ELABORACIÓN DEL CUADERNO DE LABORATORIO

Los resultados de un experimento carecen de utilidad si no se dispone de un informe preciso de cómo se realizó la reacción y de los resultados obtenidos sobre los productos aislados. Esta es la función del cuaderno de prácticas de laboratorio. En él se deben anotar inmediatamente todas las observaciones relacionadas con el experimento en curso, de lo contrario, con las anotaciones de memoria es muy probable que se omita algún detalle del proceso irrelevante a priori. Por este mismo motivo, no se deben tomar las notas a modo de borrador eventual y transferirlas, posteriormente, a un cuaderno *de limpio*. Es mucho más importante que el cuaderno de laboratorio refleje lo que ha ocurrido en cada instante del experimento, que no una caligrafía o una cuidada redacción al elaborar un resumen de los resultados.

¡No obstante, debe ser legible! ¡La rapidez y precisión en la anotación de las observaciones, no justifican las faltas de ortografía!

El primer punto a considerar es el cuaderno en sí mismo. Debe ser manejable y resistente. Un formato adecuado sería una libreta de pastas duras con un tamaño estándar de hoja A4. En el exterior de la libreta figurará el nombre del autor y el de la asignatura. Es conveniente dejar las primeras páginas en blanco para recoger en ellas un índice de contenidos. Las anotaciones se harán con tinta insoluble en agua y los posibles errores, se tacharán ligeramente, evitando los borrones. Bajo ningún concepto deben arrancarse las hojas, que estarán convenientemente numeradas.

El formato que se sugiere para plasmar los contenidos del cuaderno de laboratorio, contempla los siguientes aspectos:

- En la parte superior debe figurar el número del experimento y la fecha.
- Seguidamente el título de la práctica y muy brevemente el propósito de la misma.
- Las referencias bibliográficas directamente relacionadas con el procedimiento a desarrollar.
- La ecuación de la reacción detallando las fórmulas estructurales de los compuestos.
- Una tabla en la que se indiquen para cada compuesto, tanto reactivos como productos, los siguientes datos: procedencia (marca comercial o número de experimento en el que lo hemos preparado nosotros mismos), densidad (si es líquido), concentración (si es una disolución previamente preparada), peso molecular, masa en gramos, volumen (si es líquido), número de milimoles. **¡Es imprescindible escribir todo lo anterior antes de iniciar la práctica!**

El siguiente bloque de anotaciones contendrá toda la información pertinente a la ejecución del experimento, expresándola de la forma más concisa posible. Por tanto, carece de sentido copiar un procedimiento ya descrito. No obstante, cualquier variación respecto al mismo debe quedar claramente reflejada. Este aspecto permitirá explicar posteriormente las posibles desviaciones respecto a los resultados esperables. Si en el transcurso de la práctica se producen situaciones apremiantes, se pueden anotar las observaciones e iniciativas desarrolladas.

- Se describirán muy brevemente los aspectos del procedimiento experimental que no estén recogidos en el guión o en las referencias bibliográficas. **Nunca debe repetirse lo ya escrito en el guión o en bibliografía.**
- Reseñar el método de procesado de la reacción (tipo de hidrólisis, disolvente, etc.) y el de subsiguiente purificación. En el caso de las recristalizaciones fraccionadas se anotarán los disolventes de recristalización. En caso de destilaciones, la presión y los intervalos de temperatura de las diversas fracciones recogidas.
- También se anotarán las características físicas directamente observables (estado físico, color, etc.), las propiedades físicas medidas: punto de fusión o ebullición (y presión en caso de haberse destilado a presión reducida), clave identificativa de los espectros medidos.

A continuación se muestra un ejemplo de cómo hacer el cuaderno:

4-Septiembre-2003

Reacción 1: OBTENCIÓN DE C



Tabla de Reactivos:

Reactivos	PM (g/mol)	Equivalentes	mmol	Cantidad	Densidad (g/mol)	Procedencia
A	100	1	0.01	1 g	—	Aldrich Ref: A123-8
B	40	1.5	0.015	0.7 mL	0.854	Aldrich Ref: 478-9

Procedimiento Experimental:

Se disuelve 1g de A en 0.7mL de B y se deja agitando a temperatura ambiente durante 4 horas. Pasado ese tiempo se extrae con acetato de etilo (3x10mL) y la fase orgánica se seca con sulfato sódico anhidro. El disolvente se elimina a presión reducida. Se observa la aparición de un sólido blanco ($m = 250\text{mg}$; Rendimiento: 85%).

Caracterización:

PM: 127 g/mol

P.F.: 102-104°C

Aspecto: Sólido blanco

Recristalización: Acetato-Hexano