



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE  
MADRID



# EL CUADERNO DE LABORATORIO



M<sup>a</sup> Josefa Rodríguez Yunta  
Curso 2008-2009

## INDICE

	Página
1.- Introducción	2
2.- Formato del cuaderno de laboratorio	6
3.- Características físicas del cuaderno de laboratorio	7
4.- Realización del cuaderno de laboratorio	8
<i>A.- Experimento de estudio de una técnica</i>	11
<i>B.- Experimento de síntesis</i>	11
5.- Determinación de los rendimientos de reacción en porcentaje	12
6.- Realización de los cálculos	13
7.- Preparación de Informes	13
8.- Bibliografía	15
Ejemplo de Experimento de estudio de una técnica	16
Ejemplo de Experimento de síntesis	18
Ejemplo de Informe de Laboratorio	21

## EL CUADENO DE LABORATORIO

### 1.- INTRODUCCIÓN

La elaboración de un cuaderno de laboratorio en el que se vayan anotando las experiencias realizadas es esencial en cualquier trabajo experimental en Química Orgánica. Debe constituir un registro *completo* de todo el trabajo práctico realizado. Debe contener toda la información necesaria para que cualquier otra persona sea capaz de reproducir el experimento exactamente de la misma forma en que lo ha realizado el autor del cuaderno, incluyendo las operaciones llevadas a cabo, los hechos observados y las conclusiones que se derivan de todo ello.

Aprender a escribir de forma adecuada un cuaderno de laboratorio es un aspecto importante en la formación práctica de un alumno de Química Orgánica. Tanto en el trabajo de investigación científica como en el realizado en un laboratorio industrial, el químico que no es capaz de llevar un registro adecuado de sus experimentos está perdiendo el tiempo. Por ejemplo, cuando se discute sobre la validez de una patente industrial, la prueba esencial la constituyen siempre los cuadernos de laboratorio correspondientes, y cualquier indeterminación en los mismos puede conducir a la anulación de la patente con grandes pérdidas económicas para la empresa que la propuso, y las consecuencias subsiguientes para el químico que realizó los experimentos.

Una de las características de "el método científico" (cualquiera que éste sea) es la reproducibilidad o posibilidad de repetición del trabajo realizado por un científico. De esta manera, cualquier persona del mundo con los conocimientos adecuados, tiene la posibilidad de confirmar los hallazgos anunciados y, finalmente, contribuir al incremento del conocimiento humano. En esto no hay mucha diferencia respecto a las artes de la restauración. Siguiendo los pasos de "la receta" es posible elaborar siempre igual un mismo plato u obtener un compuesto químico. En ambos casos, la cocina o el laboratorio químico, el método a seguir para elaborar una "receta" reproducible es escribirla mientras se está desarrollando o inventando. Las notas deben tomarse inmediatamente para **no dejar nada a la memoria** (que puede fallar) en un cuaderno, libro o libreta seleccionada exclusivamente para este fin. Esto es lo que en otros ambientes se denomina el libro de bitácora (o simplemente "bitácora", o, más modernamente, el "portafolio" y, al igual que la bitácora del capitán a bordo de un navío, debe narrar todas las experiencias que permitan reconstruir las acciones llevadas a cabo.

El "cuaderno de laboratorio" es, pues, el diario de trabajo donde se describen las acciones cotidianas de la investigación, no sólo como un diario confidencial, aunque, como éste, es totalmente personal, pero, a la vez, debe estar totalmente al alcance de los colegas y compañeros de trabajo para su lectura y consulta (lo que sería inaudito en el caso de un diario normal). Además, ya sea cuando se está trabajando en el laboratorio, en el campo o en la biblioteca, siempre se debe tener a la mano el "cuaderno de laboratorio" personal.

Sirva como ejemplo de lo anterior el siguiente hecho: En diciembre de 1923 el Premio Nobel en Medicina y Fisiología se entregó para recompensar al descubrimiento de la insulina, realizado dos años antes. Sin embargo, no todos los descubridores fueron designados por el Comité para recibirlo. Sólo Frederick G. Banting y John J. R. Macleod fueron distinguidos con la nominación; no lo fue así Charles H. Best. ¿Por qué no fue reconocido Best por el Comité Nobel como codescubridor de la hormona, a pesar de haber participado en tal evento?. Simplemente porque no fue capaz de reproducir el aislamiento y caracterización del polipéptido, ya que no contaba con las notas del procedimiento que previamente había ensayado de forma positiva. Había cometido el pecado capital de cualquier profesional dedicado a la ciencia o a la tecnología.

Abundando en la misma idea se encuentra la historia publicada por T. G. Waddell y T.R. Rybolt sobre las aventuras químicas de Sherlock Holmes [J. Chem. Ed., **1990**, 67, 1006], titulada "*Sherlock Holmes y la cetona fraudulenta*" que reproducimos a continuación.

Una fresca mañana Mrs Hudson anunció la llegada del Dr. H. Douglas Fagin, distinguido profesor y director del departamento de Ciencias Naturales en la Universidad. El profesor, un hombre fornido de sobria apariencia, acababa de sentarse en nuestro sillón para las visitas cuando Holmes se dio la vuelta desde la ventana y lo miró fijamente.

“Noto con interés, profesor, que alguna nueva crisis ha llevado la preocupación a su departamento. Una crisis, me atrevo a decir, en la que se encuentra involucrado un eminente profesor”.

El profesor se enderezó con sobresalto y juntando sus manos. “¿Han llegado estas noticias hasta Ud, Mr. Holmes?. Tenía la esperanza de haber mantenido este asunto dentro de nuestro círculo”.

“No, no, mi buen hombre” dijo Holmes riendo entre dientes. “He sabido la situación por su apariencia, no menos claramente que si la llevara impresa en un papel”.

El profesor Fagin bajó la mirada hacia su traje. “Pero que...?”

“¡Tut, tut, profesor!” exclamó Holmes ingeniosamente. “Tenga en cuenta sus uñas perfectamente manicuradas, perfectas en todos los aspectos excepto por dos dedos de la mano derecha, en los que se ha mordido las uñas al máximo e incluso continúan sangrando. Seguramente debido a una crisis reciente, en los últimos días”.

“Pero lo del profesor importante, Holmes, de su propio departamento” puntalicé yo, “seguramente es una simple suposición”.

“Piense, Watson” me contestó. “Ninguna crisis relativa a otro departamento llevaría aparejada tanta inseguridad ni tanto pánico. No, es en el suyo propio. ¿Un profesor importante?, ¿por qué no?. Un escándalo promovido por un estudiante o la corrupción por parte de un profesor ayudante ¿sería tan preocupante?. Yo creo que no”.

“Desde luego, tiene razón en todo” dijo el profesor balanceándose atrás y adelante con desesperación. “Pero los detalles son de lo más chocante. Mr. Holmes. ¡Hemos recibido graves acusaciones de fraude científico contra dos de nuestros más distinguidos y bien conocidos químicos!”.

“Un momento. ¿Quién los acusa?” interrumpió Holmes.

“Se acusan mutuamente”, dijo, comenzando a morderse la uña de un tercer dedo mientras continuaba balanceándose atrás y adelante en el borde de su silla.

“Algún hecho ha debido desencadenar esta crisis. ¿Qué es exactamente lo que le ha traído hoy aquí?”. La brillante ligereza de Holmes había sido sustituida por el fervor del cazador.

“La Universidad está a punto de conceder un premio, que conlleva una considerable cantidad de dinero, a uno de ellos. Ambos han contribuido considerablemente al desarrollo de la química y, por desgracia, son fieros oponentes y amargos competidores”.

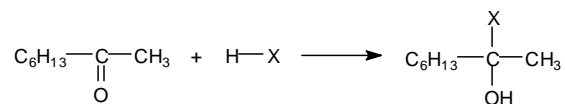
“Me gustaría saber, Dr. Fagin, tanto la naturaleza exacta de sus investigaciones como su forma de trabajar” dijo Holmes, mientras giraba lentamente la pipa en sus manos. “Tengo suficientes conocimientos de química, por lo que puede emplear términos técnicos.”

El profesor suspiró, se recostó en el asiento, y comenzó a hablar.

“El Dr. Mayer Wells es un científico brillante, pero bastante excéntrico, y es difícil trabajar con él. Su laboratorio presenta un tremendo desorden y sus archivos están atestados y manchados con productos químicos y manchas de té”.

No pude evitar mirar de reojo la zona de trabajo del propio Holmes, una mirada que no pasó desapercibida a Holmes, quien, a su vez, me miró con cierto enojo.

El profesor Fagin continuó, “las investigaciones de Wells se realizan en el área de los mecanismos de reacción, en la que ha establecido principios importantes relacionados con la adición a cetonas”. En ese momento, el profesor escribió lo siguiente en un viejo sobre que encontró en el suelo delante de él:



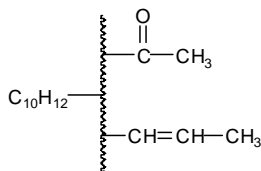
“Está tan excitado con su trabajo actual que es imposible conseguir que se calle. Yo diría que resulta bastante fastidioso, ya que, después de todo, no es el único que trabaja en ese tema”.

“¿Y que hay de su rival?” preguntó Holmes.

“El Dr. Floyd Grounder, igualmente brillante, es el polo opuesto de Wells en todos los aspectos. El Dr. Grounder es un colega amable y un profesor popular entre los alumnos. Parece estar siempre rodeado de estudiantes entusiastas que le adoran. Es una persona pulcra y muy sistemática en su trabajo sobre elucidación estructural de productos naturales de forma novedosa y creativa. Sus maravillosos seminarios departamentales suelen mantenernos al día, pero, de forma bastante entendible, durante los últimos meses ha estado tan ocupado que no ha tenido tiempo de discutir sus últimos resultados”.

“Bien, ¿Qué puede decirme sobre su trabajo más reciente?”, preguntó Holmes.

“La jabonera de flores de araña, Mr. Holmes, es una planta de gran valor medicinal. El Dr. Grounder trabaja actualmente en la identificación de un componente minoritario que puede ser útil para el tratamiento de diversas enfermedades”. El Dr. Fagin volvió a coger el sobre viejo y escribió lo siguiente:



La identificación final de esta cetona puede suponer fama internacional. Y lo que es más, Mr. Holmes, estos dos gigantes de la ciencia no pueden seguir adelante y, como le he dicho, se han acusado mutuamente de fraude y estafa”.

“Dr. Fagin”, respondió Holmes de la forma más educada, “le estaría muy agradecido si me permitiera estudiar este interesante incidente. Pero, si le parece, no olvidemos que hay mar de fondo en todo este asunto, y dudo mucho que su solución final pueda aliviar su desesperación”.

“Todo lo contrario, señor. El poner en claro este asunto es lo único que pido en estos momentos”.

“¡Perfecto!” gritó Holmes. “Por favor, consiga que el dr. Watson y yo visitemos su departamento lo más pronto posible, mientras ambos químicos se encuentran ausentes”.

“Venga mañana, Mr. Holmes. Tanto Wells como Grounder se encuentran asistiendo a un congreso en Paris, que dura hasta la semana que viene”.

“De acuerdo”, dijo Holmes, juntando las palmas de sus manos y acompañando a nuestro nuevo cliente hasta la puerta.

Una vez que éste hubo salido y Holmes se hallaba rellenando su pipa con tabaco en hebras, le pregunté a mi amigo, “Holmes, ¿puede resolverse este asunto únicamente con una visita a los laboratorios?”

Mientras miraba con ensoñación por la ventana, abierta a un brillante día primaveral, Holmes replicó, “En temas de este tipo, Watson, el culpable acaba saliendo a la luz. Al contrario de lo que ocurre en otros empeños del hombre, un fraude importante en ciencia no puede permanecer sin ser finalmente descubierto”.

A la mañana siguiente, Holmes y yo fuimos en un cabriolé rodando estrepitosamente Bond Street abajo en nuestro camino hacia la Universidad y el lujurante aspecto campestre de su gran campus. Holmes habló poco durante el trayecto, pero de vez en cuando garabateaba con una pluma negra alguna fórmula o alguna nota en el puño de su camisa blanca.

A la llegada, fuimos recibidos inmediatamente por el profesor Fagin que nos llevó al laboratorio del ausente Dr. Floyd Grounder. Como había esperado, el laboratorio estaba impecable y bien organizado. Holmes dio un rápido vistazo general y se dirigió con celeridad a la mesa del Dr. Grounder. Allí comenzó a pasar las páginas del cuaderno de laboratorio encuadernado en el que se recogía por escrito lo relativo a las últimas

investigaciones de Grounder. Las páginas estaban escritas en tinta negra, de forma clara y proporcionando una narración continua que ocupaba el lado derecho de todas las páginas del volumen abierto. La parte izquierda estaba siempre en blanco. El volumen se encontraba lleno aproximadamente en sus tres cuartas partes con datos químicos que no tenían ningún significado para mí. Me preguntaba que sería lo que Holmes estaba viendo en ellas. Mirando por encima de su hombro, distinguí una lista detallada del contenido al principio del volumen, con los títulos y números de página de cada experimento, cubriendo las 200 páginas del volumen.

Después de un momento, Holmes se levantó y caminó lentamente a lo largo de la mesa de laboratorio, olfateando las largas filas de matraces abiertos y sin identificar, recorriéndome a un sabueso con sus grandes y profundos resoplidos.

Aunque en aquel momento no me di cuenta, siempre me asombró y preocupó que el estilo de vida y los hábitos de Holmes violaban frecuentemente las buenas prácticas de seguridad. El rincón de sus investigaciones en el 221B de Baker Street carecía de campana de gases y las manchas de productos químicos o los vapores nocivos contaminaban periódicamente nuestro entorno habitualmente acogedor. Además, sus uso continuo del tabaco demostraba aún más su desprecio por su seguridad personal. Debía acordarme de regañarle más tarde por oler productos químicos sin identificar, lo que me parecía una práctica de lo más insensata.

“El laboratorio del Dr. Meyer Wells está al otro lado del vestíbulo”, dijo nuestro cliente, anticipándose al siguiente movimiento de Holmes.

Habiendo vivido con Sherlock Holmes durante varios años, no me preocupaba tanto como al Dr. Fagin el hecho de entrar en el laboratorio tipo mazmorra del Dr. Wells. Nuestro cliente estaba visiblemente embarazado y a disgusto. Como antes, Holmes se dirigió directamente al escritorio y comenzó a hojear las páginas del diario de laboratorio de Wells. En esta ocasión hasta yo me encontraba asqueado por lo que veía. Las páginas del diario estaban echadas a perder debido a las manchas de té y en todas las páginas había quemaduras o salpicaduras de productos químicos. Muchas fórmulas estaban tachadas y en todas las páginas había anotaciones emborronadas en lápiz o en tinta roja. Contemplé a Holmes mientras recorría la mesa de laboratorio cubierta de matraces tapados. Cada uno tenía una etiqueta colocada sin ningún cuidado, muchas incluso estropeadas con borrones. Holmes volvió a mirar el cuaderno de Wells y, después de examinar las páginas unos minutos, lo cerró de golpe y llamó al profesor Fagin para que se acercara.

“El culpable ha sido identificado, Doctor. Puede esperar noticias sobre mis honorarios en uno o dos días”.

El profesor Fagin estaba turbado. “Entonces, ¿es un fraude, Mr. Holmes?. ¡Oh!. ¡Me lo temía!. ¡Qué escándalo!”.

“Tómeselo con calma, profesor, y emprenda las acciones pertinentes en la universidad contra el Dr. Floyd Grounder, que no debe recibir el premio en dinero”.

“¡Grounder, Holmes!”, chillé. “No puede ser”.

“Lo es, Watson” replicó Holmes con el mismo entusiasmo. “El querido y popular Dr. Grounder es culpable sin ninguna duda. Como debe saber, amigo mío, yo mismo llevo una vida bastante desordenada. Sin embargo, en la investigación científica, el que uno sea ordenado o desordenado importa poco, siempre que se sigan las normas. Así, cuando examiné el cuaderno de laboratorio y la situación en el laboratorio, vi la situación totalmente clara. De hecho, ningún cuaderno de laboratorio legítimo puede estar escrito en tinta permanente sin que aparezca tachada alguna fórmula, algún cálculo o frase aquí y allá. En una investigación honesta siempre hay algún error. Más aún, en los cuadernos de laboratorio se suele dejar las páginas de la izquierda en blanco para poder incluir diversas anotaciones, pensamientos y valoraciones. Aunque Grounder había dejado en blanco las páginas de la izquierda, no había anotaciones en ellas. Ninguna, Watson, ¡ninguna!”.

El cuaderno de laboratorio del Dr. Grounder gritaba ‘culpable’, y lo más ilustrativo era el índice. Vd., Dr. Watson, se dio cuenta indudablemente. El índice señalaba experimentos de todo el cuaderno, pero sólo se había completado parte del mismo. ¡Los resultados de su investigación se planearon antes de llevar a cabo los experimentos! ¡El fraude es visible!. Además de estos hechos, la aparente reluctancia de Grounder a hablar sobre su investigación en curso resulta de lo más sospechoso y en agudo contraste con el franco y entusiástico deseo de Wells de hablar y discutir sobre sus experimentos. El progreso científico requiere el intercambio libre de ideas e información tanto oral como escrita. Grounder también estaba escondiendo la naturaleza de su

trabajo. Incluso los matraces de su laboratorio estaban sin tapar y sin etiquetar. No puede decirse que sea éste un método adecuado para mantener un registro apropiado de las complejidades de la investigación sobre productos naturales”.

“Debo decir, Holmes, que debería tener cuidado y no inhalar productos químicos, como le vi hacer en el laboratorio del Dr. Grounder”.

“Oh, desde luego, Watson, lo admito. Siempre será Ud un médico, mi buen amigo. Debo tener en cuenta su advertencia”.

“Pero Holmes”, dije, “¿qué tiene todo esto que ver con las investigaciones que están llevando a cabo actualmente Wells y Grounder? ¿Cómo puede decidir si fue el mecanismo de reacción de Wells o la elucidación del producto natural de Grounder la investigación falsa? ¿Cuál era la cetona fraudulenta?”.

“Watson querido amigo, en este caso la clave no está en el QUÉ sino en el COMO. En este momento, no podemos decir que la jabonera de flores de araña no contenga una cetona de valor medicinal, pero si la tiene, sólo se la encontrará aplicando el método científico de trabajo, no sólo por intenciones y ensayos fraudulentos”.

“Bien, Holmes”, continué, “¿había también algo que aprender en el laboratorio de Mayer Wells?”.

“Desde luego, Watson”, contestó Holmes. “El cuaderno de laboratorio del desagradable Dr. Wells era un completo panorama de ciencia honesta. Las anotaciones, aunque bastante embarulladas, estaban organizadas de forma apropiada. Sus pensamientos, errores y progresos estaban claramente documentados. Sus matraces estaban tapados y etiquetados de forma apropiada con anotaciones cuidadosas. Excelente práctica. Esto es definitivo, Wells debe conseguir el premio”.

Esa noche, en nuestros aposentos de Baker Street, volví a sacar el tema.

“Holmes, ¿condena esto el estilo pulcro y ordenado de investigar?”.

Holmes sonrió ampliamente y dejó un puñado de recortes de crímenes del Times. “En absoluto, Watson, en absoluto. Es el procedimiento y la práctica honesta lo que importa. Tanto si el cuaderno de laboratorio está limpio o desordenado, si se lleva adecuadamente, demostrará siempre el progreso, la validez y la honestidad de la investigación científica”.

## 2.- Formato del cuaderno de laboratorio

El cuaderno de laboratorio debe concebirse como un diario en el que se recojan todos y cada uno de los experimentos realizados con las incidencias de todo tipo que se han producido. Hay que tener en cuenta que en muchas ocasiones hay que repetir una experiencia en varias ocasiones, como ocurre cuando se usa una sustancia como materia prima y hay que prepararla con asiduidad, o bien proceder a la modificación parcial de un procedimiento, por ejemplo para mejorar el rendimiento.

La característica primordial de un cuaderno de laboratorio es que debe:

- Decir exactamente lo que se hizo, y cuando;
- Dejar claro quien lo hizo;
- Permitir que cualquier otra persona haga exactamente lo mismo en el futuro;
- Ser permanente y verificable.

Cualquier regla que se de para su realización debe atender a estas características y todo lo demás sobra. Lo que nunca está de más es el lenguaje sencillo.

¿Con cuanto detalle se deben realizar las anotaciones?. Si alguien que posee los conocimientos necesarios coje el cuaderno, ¿podría repetir el experimento utilizando únicamente las anotaciones que figuran en el?. Si la respuesta es sí, es que el cuaderno tiene las anotaciones necesarias. Es conveniente recordar que resulta útil anotar todos los detalles, ya que quizá, si ha transcurrido un cierto tiempo, al repetir el experimento pueden faltar datos

imprescindibles. Cuando se hace algo siempre igual todos los días, es difícil que se olvide, pero transcurrido un cierto tiempo, podemos olvidar ciertos detalles. Para ilustrar este punto veamos la historia contada por el Premio Nobel Sir Geoffrey Wilkinson:

*Mr. A. J. Shortland fué el primero en realizar la síntesis de hexametiltungsteno, uno de los grandes avances en la química organometálica de los metales de transición, por un método que suponía el tratamiento de metililitio con  $WCl_6$  en eter. Este procedimiento se encuentra descrito en J. Chem. Soc. Dalton Trans. 1973, 872, así como en su tesis doctoral, en la que hacíamos hincapié en la necesidad de condiciones rigurosamente libres de oxígeno.*

*Posteriormente, llegó a mi conocimiento que algunos investigadores no habían sido capaces de reproducir nuestro trabajo. Por esta razón, hice que mi nuevo estudiante, Mr. L. Galyer, repitiera el trabajo tal y como se encontraba descrito, y tampoco tuvo éxito. Dado que en ese momento el Dr. Shortland trabajaba como profesor en el Dulwich College de Londres, le pedí que volviera y nos demostrara como había trabajado lo que hizo de buena gana. El quid de la cuestión estaba en que él había desgasificado el eter de petróleo empleado en la extracción del crudo de la reacción, simplemente pasando nitrógeno a través del mismo en un recipiente aparte. En lugar de transferir el disolvente al matraz de reacción vía cánula de acero y empleando un septum, lo que realmente había hecho fue destapar el recipiente en el que se guardaba el disolvente y añadirlo directamente al matraz de reacción. Esto hizo que el disolvente se saturara parcialmente con oxígeno en ese mismo momento, de forma totalmente irreproducible, por supuesto, ya que dependía de muy diversos factores (como puede ser la velocidad de adición, la distancia recorrida por el chorro, etc).*

*Estamos bastante seguros de que el exceso inicial de  $LiMe + WCl_6$  de la reacción formaba un anión alquilato del tipo  $Li_2[W(IV)Me_6]$  con tungsteno reducido y de que el oxígeno era necesario para volverlo a oxidar a  $WMe_6$ .*

*Tuvimos una experiencia similar con la síntesis de  $ReOMe_4$  a partir de  $ReCl_5$  (J. Chem. Soc. Dalton Trans. 1975, 607), en la que hicimos uso de esta observación.*

*Si no hubiera sido por la técnica descuidada de Shortland, sin duda hubieramos abandonado nuestros trabajos en derivados metilados de metales en estado de oxidación elevado.*

### 3.- Características físicas del cuaderno de laboratorio

Estas son algunas reglas sobre el material usado:

- El cuaderno de laboratorio debe tener una encuadernación permanente, es decir, ser de tapa dura y hojas cosidas, ya que de esta manera la única forma de quitar una hoja es cortándola. Un auténtico cuaderno de laboratorio no puede ser de espira, y debe tener las hojas numeradas. En él se pueden grapar notas cuando sea necesario.
- Debe utilizarse un material de escritura indeleble, es decir, nunca puede utilizarse un lápiz, ya que este se puede borrar con facilidad, y una tinta que no sea indeleble también puede desaparecer con el tiempo o emborronarse. La escritura debe hacerse en tinta, preferiblemente de bolígrafo, ya que suelen ser más duraderas y dejan menos borrones. La tinta negra suele ser más duradera que la azul, siendo la roja la que menos dura de todas, aunque existen marcas que proporcionan tintas duraderas de todos los colores.
- Nunca debe borrarse nada. Si se cometen errores, deben tacharse únicamente con una línea por encima, de forma que aún puedan leerse, y, por supuesto, nunca debe arrancarse una página. El trabajo se debe poder reproducir en todos sus detalles, es decir, se debe poder averiguar lo que ocurrió e, incluso, cuando y por qué uno decidió arrojar la toalla.



El cuaderno de laboratorio es el diario de trabajo, y debe llevarse consigo al lugar de trabajo. Por lo tanto, es de suponer que se le dará un uso constante y, tal vez, no muy bueno. En el laboratorio se coloca sobre la mesa de trabajo, por lo que está expuesto a que se derramen sobre el reactivos puros o disoluciones de ellos; si se trabaja con fuego, puede llegar a quemarse.

Es por esto que resulta imprescindible tener cuidado y seleccionar el mejor cuaderno, libro o libreta que vaya a utilizarse. Y precisamente un aspecto importante a considerar es el tipo de papel que se usará. La regla básica es que se debe usar un papel resistente al rasgado, poco poroso y absorbente, preferentemente blanco (sin color), ya sea rayado, cuadriculado o liso. El rayado y el cuadriculado pueden ser útiles para la organización de las notas o para la elaboración de tablas o gráficas preliminares.

Otras pruebas necesarias para escoger el papel son las de resistencia al agua y otros disolventes. Debe soportar ser mojado sin romperse ni deshacerse. Además, si el papel es rayado o cuadriculado, la tinta de éstos no debe “correrse” al mojar el papel con diversos disolventes. A este respecto, es importante mencionar que no existe el papel ideal, ya que las tintas usadas en el rayado y cuadriculado que no son solubles en agua suelen serlo en disolventes orgánicos, como el etanol. Por otro lado, aunque hay en el mercado papel “resistente al agua”, éste suele ser soluble en disolventes orgánicos. La conclusión es que se debe elegir el papel que mejor resista todas las pruebas o que salga mejor librado de ellas.

Otro aspecto a considerar es la forma o tipo de cuaderno, libro o libreta en la que se encuentra el papel elegido. Lo más común es emplear una libreta de pasta dura cosida como las usadas para la contabilidad. El tamaño suele ser totalmente al gusto del usuario; aunque lo más habitual es el DIN-A4, o el DIN-A5. En el caso de prácticas de laboratorio, en algunas ocasiones está permitido el uso de cuadernos de pastas blanda de anillas o espiral, pero el inconveniente es que las hojas se desprenden fácilmente y esto puede tener consecuencias negativas para el trabajo, ya que se está expuesto al extravío de notas que pueden ser importantes.

Además, otra regla de oro de los cuadernos de laboratorio es “**no arrancar hojas**”. Por el contrario, es muy frecuente que se añadan o adhieran hojas al mismo, que pueden ser gráficas milimétricas u otras ilustraciones, como fotografías o gráficas impresas por los aparatos del laboratorio. No se debe olvidar que también es importante someter a las mismas pruebas de resistencia a las pastas del cuaderno empleado. A diferencia de las hojas, deben elegirse unas pastas no absorbentes, tal vez plastificadas, que protegerán de mojaduras cuando esté cerrado. Si se desea tener una identificación de primera mano sobre la pasta, puede colocarse una etiqueta con las mismas características del papel.

En suma, de las propiedades del cuaderno empleado depende en gran medida su durabilidad y vida útil, aún después de haberse usado en su totalidad.

De cualquier modo, en el caso de un cuaderno de laboratorio, no importa con qué instrumento se esté escribiendo. La siguiente regla lo explica: **jamás se borra o se tacha completamente**. Cuando se considere necesario, sólo se traza una línea sobre el escrito deseado; uno nunca sabe si la idea indeseada podrá ser útil o correcta en un momento posterior.

#### 4.- Realización del cuaderno de laboratorio

Las líneas generales para la confección de un cuaderno serían las siguientes

1. Se debe evitar el manejar hojas sueltas, aunque sea para graparlas con posterioridad. Es mucho más seguro usar un cuaderno con las hojas unidas permanentemente y con las páginas numeradas. La única excepción es cuando se trata de datos suministrados en papel por un aparato de laboratorio, por ejemplo un espectrómetro. En este caso, el papel obtenido se grapa al cuaderno.

2. Escribir lo que **realmente se ha hecho** en el experimento y no lo que se supone que se debería haber hecho. No se trata de escribir lo que dice el guión de la práctica que se debe hacer (para eso es suficiente con hacer referencia a la página del guión). Si queremos que un experimento que se ha realizado con éxito, sea reproducible, es esencial ser fiel a la realidad.

Si por el contrario, el resultado de nuestra experiencia es negativo, el disponer de una información veraz y pormenorizada, será la única forma de corregir los errores.

3. Resulta conveniente escribir en hojas consecutivas (sin saltos) e introducir la fecha en los que se ha realizado el experimento. El dejar hojas en blanco puede conducir a errores, o incluso a falsificaciones posteriores.

4. Al desarrollar los procedimientos, se debe procurar usar un estilo conciso y claro, empleando preferentemente formas impersonales. Resulta más adecuado emplear expresiones como

a. Se disuelve el producto A..... en lugar de disolví el producto A...

b. Se procede a separar la mezcla..... en lugar de para separa la mezcla realicé tal o cual procedimiento..

c. El rendimiento de la reacción es .... en lugar de me salió un rendimiento de...

5. El cuaderno de laboratorio es un instrumento de trabajo y por tanto de uso constante. Si hay que introducir notas adicionales u observaciones, hacer correcciones etc. no debe ser problema

El trabajo que se anota en el cuaderno es el propio trabajo. En el caso de realizar algún experimento en pareja, los datos son comunes, pero no la redacción de los mismos. Cuando se escribe en el cuaderno de laboratorio debe pensarse que lo va a leer un químico competente, pero que no está familiarizado con el experimento en concreto. Es decir, no se deben explicar cosas generales que todo químico debe saber, pero si se debe explicar el experimento en particular. No deben omitirse datos necesarios, pero debe hacerse de forma concisa y exacta, con frases completas y de gramática correcta.

*Antes de comenzar la realización de una experiencia de laboratorio es conveniente incluir en el cuaderno la información necesaria para llevarla a cabo de forma correcta y segura. La naturaleza de esta información varía, como es lógico, en función de las características del experimento a realizar, pero habitualmente suele incluir los aspectos siguientes:*

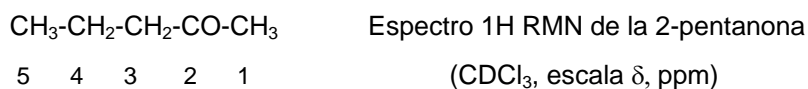
- *Título del experimento*
- *Fecha de realización*
- *Nombre de la persona o personas que lo realizan*
- *Objetivos del experimento:* Incluye una breve descripción de la utilidad del trabajo que se va a realizar y las conclusiones que se pretenden obtener (por ejemplo, aprender a medir un punto de fusión y a utilizarlo para la identificación o la determinación de la pureza de los compuestos orgánicos).
- *Formulación de las reacciones implicadas en el proceso:* Deben dibujarse las estructuras desarrolladas o semidesarrolladas de todos los compuestos orgánicos que intervienen, no es adecuado utilizar las fórmulas empíricas o los nombres. Si ello es posible, las reacciones estarán siempre ajustadas. Si el alumno es principiante, es conveniente incluir las fórmulas de todos los compuestos orgánicos utilizados aunque no intervengan en los esquemas de reacción (disolventes, etc.)
- *Datos relevantes de los materiales de partida utilizados:* masas moleculares, densidades, puntos de fusión o ebullición, estado sólido o líquido, peligrosidad y precauciones a tomar en su utilización.
- *Cantidades a utilizar de los compuestos de partida:* en gramos y moles (y mL si son líquidos). Este apartado y el anterior pueden presentarse conjuntamente en forma tabulada para una mayor claridad. P. ej:

Reactivo	Estado	Masa molecular (g/mol)	Volumen utilizado (mL)	Densidad (g/mL)	Cantidad utilizada (g)	Moles utilizados (g/mol)	PF/PE (° C)	Peligrosidad
Ciclohexanol	L	100,16	21,0	0,963	20,22	0,20	161,1	Irritante Higroscópico
Acetona	L	58,08	10,0	0,818	8,18	0,14	56,5	Inflamable Irritante
....	....	....	....	....	....	....	....	....

- *Propiedades del o los producto(s) esperado(s), si se conocen:* masa molecular, punto de fusión o ebullición, etc.)
- *Esquema del montaje del aparato (o aparatos) a utilizar,* siempre que no sean montajes especialmente sencillos.
- *Resumen del procedimiento experimental a seguir:* no la receta que puede aparecer en el Manual de Prácticas, sino una breve descripción hecha por el propio alumno que le permita interpretar fácilmente todos los pasos a realizar. Al final de esta sección procedimental suele incluirse una referencia a las fuentes de la Literatura de las que se ha obtenido ese procedimiento. La referencia debe incluir: autor o editor, título de la revista o libro, editorial y lugar de edición, año de publicación y números de las páginas (por ejemplo: Vogel, A. I.; Tatchell, A. R., Furnis, B. S., Hannaford, A. J., Smith, P.W.G.; *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*; Longman, London; **1989**; pp 134-147).
- *Medidas de seguridad requeridas en función de las características del experimento y de los reactivos*

Una vez comenzada la experiencia, es necesario ir realizando las anotaciones adecuadas para reproducirlo en las mismas condiciones y disponer de información escrita sobre los hechos o datos observados, lo que normalmente incluye los puntos siguientes:

- *Cantidades "realmente utilizadas"* de cada reactivo (volúmenes, pesos y moles)
- *Procedimiento "realmente seguido"*. Comentar los motivos de las modificaciones realizadas respecto del procedimiento inicialmente previsto. Debe escribirse de forma breve, pero con el detalle suficiente para poder reproducirlo con absoluta fidelidad en el momento en que sea necesario. Es conveniente incluir los errores cometidos u observados y las modificaciones realizadas para resolverlos.
- *Tiempos de reacción, temperaturas y otras condiciones utilizadas*
- *Hechos observados durante el proceso:* cambios de color, formación de precipitados, desprendimiento de gases, etc.
- *Rendimientos obtenidos* (pesos, moles y porcentajes)
- *Propiedades de los productos:* puntos de fusión o ebullición, Rf cromatográfico (con indicación de la composición del eluyente y tipo de adsorbente), color, etc.
- *Datos espectroscópicos tabulados,* si se han registrado. (RMN: disolvente, escala, desplazamientos químicos de las señales, áreas y multiplicidades observadas; IR: modo de preparación de la muestra i.e. nujol, pastilla de KBr, película líquida, disolvente, etc, frecuencias e intensidades de las señales más relevantes; UV: disolvente, peso de la muestra, dilución). Si es posible, resulta muy útil la inclusión de las asignaciones de las señales más relevantes de los espectros IR y RMN. Ejemplo:



H1	H3	H4	H5
2,09, 3H, s	2,32, 2H, t	1,56, 2H, m	0,93, 3H, t

- *Datos cromatográficos en CG*: cantidades inyectadas, tiempos de retención y áreas de los picos, parámetros utilizados i.e. tipo de columna, temperaturas, velocidad de flujo, velocidad de registro, etc.
- Las placas de cromatografía obtenidas durante el experimento suelen incluirse en el cuaderno, bien directamente o mediante una reproducción exacta. Igualmente deben añadirse las fotocopias de todos los espectros y cromatogramas realizados.

El tipo de las anotaciones que se hacen en un cuaderno de laboratorio de una signatura práctica no es exáctamente igual si se trata de una práctica para aprender el manejo de una técnica, que si se trata de una práctica de síntesis. A continuación se detallan las características esenciales en cada uno de estos casos.

### **A.- Experimento de estudio de una técnica**

En este tipo de experimentos, se practica el uso de ciertas operaciones de trabajo, antes de usarlas en un experimento de síntesis. Un ejemplo sería la destilación de una mezcla de dos líquidos para separarlos

1.- Usar un título descriptivo de la experiencia. Por ejemplo: "Destilación" es demasiado ambiguo, ya que indica todo dentro del campo de la destilación. Si lo que se ha hecho es separar dos líquidos empleando esta técnica, un título más adecuado sería "Separación de los componentes de una mezcla líquida por destilación", o si lo que se ha hecho es eliminar las impurezas de un líquido que descompone a temperatura elevada, un título más adecuado podría ser "Purificación de un líquido por destilación a vacío".

2.- Aunque resulte obvio una vez leído el título, debe indicarse el propósito de la práctica y el método utilizado. Evidentemente debe especificarse un poco más que en el título pero sin perder concisión.

También debe incluirse el detalle del montaje experimental utilizado indicando cualquier detalle que se haya modificado sobre el esquema incluido en el guión de la práctica que se está siguiendo. Por ejemplo, distinto número de salidas en una alargadera múltiple de destilación, utilización de mayor o menor número de piezas de sujeción, o de distinto tipo, etc.

3.- Hay que tener cuidado de no dejar espacios en blanco, ya que no se deben hacer anotaciones a posteriori (por tanto no hay que reservar espacio para ellas).

Si la experiencia dura varios días, debe reflejarse el trabajo de cada uno de ellos.

4.- Deben emplearse siempre los tiempos verbales adecuados. Antes de comenzar el trabajo real se puede emplear el presente (o el futuro si se habla de algo que todavía no ha ocurrido). Mientras se está realizando la práctica, dado que se supone que la anotación se hace justo cuando se acaba de hacer algo, se emplea un pasado simple. Esto quiere decir que en el punto 2 puede emplearse el presente o, incluso, el futuro ya que todavía no se ha empezado a trabajar, y a partir de ese punto el tiempo adecuado es el pasado sencillo.

### **B.- Experimento de síntesis**

En una práctica de síntesis, el objetivo es preparar una muestra pura del producto deseado. Todas las operaciones de laboratorio (por ejemplo, destilación, recristalización, etc.) son simples formas de conseguirlo.

1.- De nuevo debe emplearse un título adecuado a lo que se hace. En muchos casos puede servir el título empleado en el propio manual de prácticas o, simplemente, indicar el nombre del compuesto sintetizado y el método empleado o el producto de partida.

2.- Al escribir la reacción que tiene lugar para llevar a cabo dicha síntesis, deben incluirse también las reacciones secundarias que tengan lugar, pero solamente las de cierta importancia.

3.- Debe incluirse una tabla de constantes físicas de todos los reactivos empleados, así como los disolventes. Cuando se emplea una disolución básica (por ejemplo, NaHCO<sub>3</sub> al 10% o

NaOH 2M) para operaciones de lavado NO es necesario incluir sus datos en la tabla de constantes físicas. No son compuestos que intervengan en la síntesis. En todo caso habría que incluir en la lista las propiedades de la disolución empleada, no del sólido. Lo mismo ocurre si se emplea un desecante (como  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{MgSO}_4$  anhidro, etc) previo a una destilación, No se incluyen porque no son reactivos ni productos.

4.- Debe especificarse el procedimiento experimental seguido indicando los aparatos o montajes utilizados (incluyendo el tamaño de matraces o Erlenmeyers), los productos empleados (cantidad, orden de adición y modo de empleo) y cualquier detalle experimental.

Si el montaje de la reacción presenta alguna variación con respecto al empleado habitualmente en las prácticas de estudio de las técnicas de laboratorio, debe incluirse un detalle del montaje que muestre dicha variación. En caso contrario no es necesario dibujar el aparato utilizado, es suficiente con especificar la técnica empleada. Por ejemplo, si se elimina el disolvente de una disolución empleando para ello un rotavapor, no es necesario dibujarlo en el cuaderno de laboratorio cuando se trata de un experimento de síntesis.

5.- Es importante indicar siempre las unidades de medida empleadas.

6.- Debe especificarse el rendimiento obtenido. Para ello primero se indica el rendimiento teórico (rendimiento calculado) esperado a partir de las cantidades empleadas y luego el rendimiento conseguido realmente en el experimento realizado. Es importante también utilizar las cifras significativas adecuadas a la hora de determinar el rendimiento experimental.

## 5.- Determinación de los rendimientos de reacción en porcentaje

Un aspecto esencial en la elaboración del cuaderno de laboratorio es el cálculo correcto de los rendimientos obtenidos en las reacciones realizadas. Aunque un alumno que ya ha tenido previamente contacto con un laboratorio de Química Orgánica no debe tener ningún problema en ello, la mayoría de los que acceden a él por primera vez no son capaces de calcular un rendimiento de forma adecuada, por lo que se ha considerado oportuno incluir aquí la información necesaria.

### *Rendimiento:*

Es la cantidad (en gramos) de producto *puro y seco* que se obtiene en un experimento. A partir de él se calcula el porcentaje de rendimiento. Es importante asegurarse antes de pesar el producto obtenido de que no contiene restos de agua u otro disolvente, que pueden falsear en gran medida el dato. Para ello, todos los productos de reacción deben secarse al aire hasta un peso constante. Calentar el producto para secarlo más rápidamente no es, en muchos casos, una buena opción, ya que puede descomponerse, fundir u oxidarse. Es mucho más conveniente utilizar el secado a vacío en un desecador para eliminar los restos de humedad.

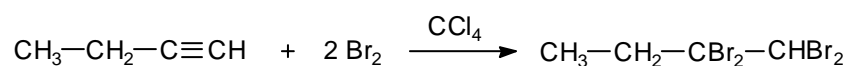
### *Rendimiento teórico:*

Es la máxima cantidad (en gramos) de producto que puede formarse en una reacción. El rendimiento teórico no puede determinarse hasta que se conoce cuál es el reactivo limitante de la reacción.

### *Reactivo limitante:*

Es el reactivo que se ha utilizado en menor número de moles, después de tener en cuenta la estequiometría de la reacción. Sea, por ejemplo, el caso de la reacción de 0,01 g de 1-butino con 3 mL de una solución de bromo al 2% en tetracloruro de carbono, que rinde 0,35 g de 1,1,2,2-tetrabromobutano. Para determinar cuál es el reactivo limitante:

- 1) Se escribe la reacción ajustada y se calculan las masas moleculares de los reactivos.
- 2) Se calcula el número de moles de utilizado para cada reactivo, dividiendo la cantidad de reactivo en gramos por su masa molecular (como el bromo viene en una solución al 2% en peso, habrá  $2 \times 3 / 100 = 0,06$  g)
- 3) Se considera la estequiometría de la reacción: como reaccionan dos moles de bromo por mol de alquino se divide el número de moles de bromo por dos para obtener el equivalente molar.



F. molecular	$\text{C}_4\text{H}_6$	$\text{Br}_2$	$\text{C}_4\text{H}_6\text{Br}_4$
Masa molecular	54,09 g/mol	159,81 g/mol	213,9 g/mol
Cantidades	0,01 g	0,06 g	0,035 g
Moles	$1,85 \times 10^{-4}$	$3,75 \times 10^{-4}$	
Equiv. molar	<b><math>1,85 \times 10^{-4}</math></b>	$1,88 \times 10^{-4}$	

Por lo tanto, el 1-butino es el reactivo limitante, ya que hay menos equivalentes molares de 1-butino que de bromo, y el número de moles del reactivo limitante será también el máximo número de moles que pueden formarse del producto, suponiendo un rendimiento teórico del 100%.

*Rendimiento en porcentaje:*

Mide la eficacia del procedimiento utilizado, y se determina como sigue:

- 4) Se calcula el rendimiento teórico del producto multiplicando el número máximo de moles obtenible para el mismo por su masa molecular:  **$(1,85 \times 10^{-4}) \times 213,9 = 0,04 \text{ g}$**
- 5) Se determina el rendimiento en porcentaje según: % Rendimiento = (rendimiento obtenido/rendimiento teórico)  $\times 100 = (0,035/0,04) \times 100 = 87,5\%$

## 6.- Realización de los cálculos

La habilidad de llevar a cabo los cálculos necesarios de forma que sean fácilmente comprensibles posteriormente depende de lo siguiente:

- Saber lo que se está haciendo, NO limitarse a copiar fórmulas de un libro, manual o profesor,
  - Darse cuenta de que es necesario unir las fórmulas con las frases adecuadas, para que al leerlo el conjunto tenga sentido,
  - Hacer un uso correcto de las unidades *a lo largo de todos los cálculos*.
- Las ventajas de usar las unidades a lo largo de todo el cálculo son las siguientes.
- Ser conscientes de que las ecuaciones no son simplemente unos símbolos, sino que expresan relaciones entre entidades o cantidades físicas,
  - Son, así mismo, una forma de comprobar si las ecuaciones usadas son las correctas, ya que las unidades obtenidas deben coincidir con las buscadas (por ejemplo para dar respuesta a una pregunta concreta),
  - Permitir una concienciación gradual de si el tipo de magnitud obtenida para una respuesta es razonable en las condiciones que se están considerando. Por ejemplo, no es razonable suponer que en un matraz que hemos cogido sin esfuerzo, haya varios kg de producto disuelto.

## 7.- Preparación de Informes

Un aspecto importante en el trabajo desarrollado en una ciencia experimental como es la Química Orgánica es la anotación de los resultados obtenidos en el trabajo de Laboratorio.

A efectos prácticos, y desde el punto de vista de un alumno, se debe distinguir entre la elaboración de un informe de una experiencia concreta y la de un cuaderno de laboratorio.

Hasta ahora habíamos hablado exclusivamente del cuaderno de laboratorio, ya que es lo más inmediato, al realizarse a la vez que se llevan a cabo las experiencias. Una vez realizado el trabajo experimental, puede ser necesario preparar un informe del mismo, que viene a ser un paso intermedio entre la realización experimental y la publicación de los resultados obtenidos en una revista científica. Los informes son muy utilizados, por ejemplo, en las empresas o grupos de trabajo.

El informe debe constar de los siguientes apartados:

### 1. Título del Experimento.

Debe ser siempre claro y descriptivo de la experiencia realizada, pero conciso, como por ejemplo:

- Síntesis de ...
- Purificación de... por recristalización...

### 2. Introducción.

Debe ser lo más breve posible (uno o dos párrafos). En ella se explicará el tipo de experimento o reacción que se ha realizado (por ejemplo: una reacción de nitración utilizando una reacción de sustitución aromática electrófila sobre benzoato de etilo), su uso en Química Orgánica (indicando, por ejemplo, si es muy común, es muy rara, se utiliza en la industria, es similar a un proceso que ocurre en los seres vivos, etc.) y otros aspectos generales.

### 3. Explicación de la reacción (o reacciones).

Hay que indicar cómo tienen lugar las reacciones, si son comunes a otros tipos de sustratos, que papel hace cada uno de los reactivos (actúan como oxidante, reductor, nucleófilo, base, etc.) y el tipo de mecanismo de la reacción ( $S_N1$ , sustitución electrófila aromática, eliminación, etc.). Debe explicarse también el mecanismo de la reacción, con un esquema indicando los movimientos de electrones mediante flechas curvas y todos los intermedios de reacción importantes. Pueden también indicarse los estados de transición claves. En su caso, debe explicarse la regioquímica y la estereoquímica de la reacción y si producen reacciones competitivas, que dieran lugar a la formación de productos secundarios.

### 4. Desarrollo experimental.

Se debe indicar brevemente como se ha llevado a cabo el experimento. En primer lugar las cantidades de los productos utilizadas (en g o mg, mL, mmol y equivalentes), especificando los reactivos que se utilizan en exceso y el o los reactivos limitantes que van a condicionar el rendimiento de la reacción.

A continuación se deben indicar las condiciones en las que se ha realizado la reacción justificando, de forma razonada, las operaciones que se han llevado a cabo:

- Disolvente y cantidad del mismo
- Orden y forma en que se adicionan los reactivos
- Temperatura
- Tipo de agitación: magnética o manual
- Montaje y material utilizado: reflujo con o sin tubo de cloruro cálcico, destilación simple, tipo de filtración etc.
- Tiempo de reacción
- Tratamiento al que se somete al crudo de reacción
- Aislamiento y purificación de los productos obtenidos

Generalmente suele ser útil iniciar este apartado con una tabla en la que se representen todos los reactivos y productos, sus características más relevantes (fórmula, masa molecular, densidad si son líquidos, y cantidad utilizada en mg, mmol y equivalentes):

Es importante mencionar cualquier dato de interés que se observe en el transcurso de la reacción, como puede ser:

- cambios de color
- dificultad de disolución de algunos reactivos
- aparición de precipitados
- desprendimiento de calor
- generación de gases
- Procedimiento por el que se realiza el seguimiento de la reacción: tiempo, aspecto, cromatografía de capa fina etc.

Finalmente, dentro de este apartado, se debe indicar también la cantidad de producto o productos obtenidos (peso, nº de moles y rendimiento), grado de pureza, aspecto físico (estado físico: líquido, sólido amorfo, sólido cristalino; color; olor; etc.) y sus características físicas y espectroscópicas (punto de fusión, datos de IR y RMN) si se disponen de ellas, asignando las señales de  $^1H$ -RMN y las bandas de IR más importantes. Una forma habitual de presentar los datos espectroscópicos es en forma de listado o tabla, o bien sobre el dibujo de la molécula. Conviene pegar o adjuntar copias de los espectros obtenidos.

#### 5. *Observaciones y conclusiones.*

Se debe indicar si la reacción ha tenido lugar según lo previsto, si el producto ha podido obtenerse puro y si los datos espectroscópicos y de otro tipo son los esperados. En caso de que algo haya ido mal, razonar porqué.

Si se ha realizado un proceso por etapas se dará el rendimiento de cada una de las reacciones calculando también el rendimiento global.

Explicar si ha habido alguna incidencia destacable.

Exponer las principales conclusiones del experimento: qué se ha logrado con él y qué se ha aprendido. En el caso de un informe sobre una práctica, puede también relacionarse con otros conceptos o reacciones estudiadas en la asignatura teórica correspondiente.

#### 6. *Bibliografía.*

En caso de haber empleado fuentes bibliográficas para llevar a cabo la experiencia, deben señalarse. En caso contrario es suficiente indicar el título y la página del manual o libro de prácticas que se ha seguido.

### **8.- Bibliografía**

*The Organic Chem Lab Survival Manual. A Student's Guide to Techniques*

James W. Zubrick

5<sup>th</sup> Edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2001

*Curso experimental en Química Orgánica*

M<sup>a</sup> Josefa Rodríguez Yunta, Fernando Gómez Contreras

Editorial Síntesis. Biblioteca de Químicas nº 23, Madrid, 2008



## Ejemplo de Experimento de estudio de una técnica

7 de Octubre

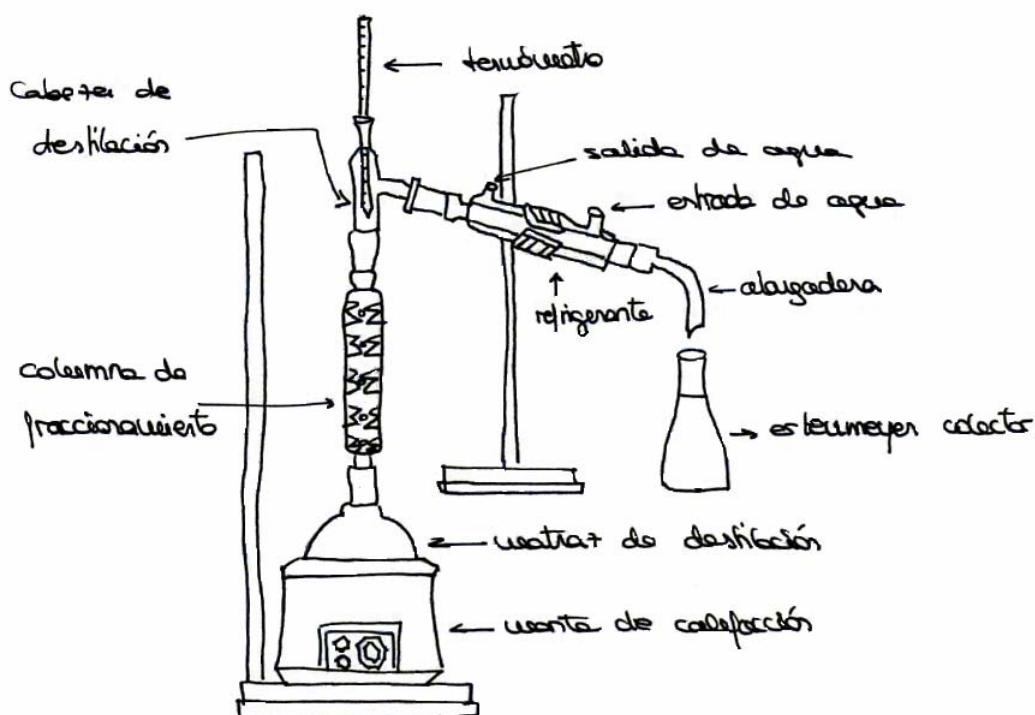
Título: Separación de los componentes de una mezcla líquida por destilación

### Introducción:

La destilación es uno de los métodos empleados para separar y purificar líquidos. En este caso se trata de separar por destilación una mezcla de dos líquidos desconocidos.

### Procedimiento (según Manual de prácticas, práctica 3)

Una vez recogida la muestra desconocida (60 mL), se debe secar sobre ~~eloro~~ ~~eloro~~ sulfato magnésico anhidro. El montaje del aparato de destilación es el mismo que aparece en el manual, pero con algunos cambios:



Se usa manta de calefacción y las fracciones de destilado se recogen en erlenmeyers. Al principio se pone un erlenmeyer pequeño, según indicación del profesor. El matraz de destilación es de 100 mL.

La mezcla problema, una vez seca, se filtra con filtro de pliegues para eliminar el desecante, colocando el embudo sobre el matraz que se va a usar para destilar.

Como no hay agitación magnética hay que poner 2-3 trocitos de piedra pómez.

Con el controlador de la calefacción en 3 empieza la ebullición de la mezcla. El líquido comienza a condensar en el termómetro a 79 °C, y sube rápidamente a 81 °C, donde parece que se estabiliza. Se recoge lo que destila entre 79 y 81 °C, unos 2 mL, como cabezas y se cambia el erlenmeyer por otro un poco mayor.

En este segundo erlenmeyer se recoge lo que destila entre 81 y 83 °C, aunque la mayor parte del tiempo (varios minutos) el termómetro marcaba 82 °C.

La ebullición se paró y el termómetro empezó a bajar. Se cambia el erlenmeyer colector por otro .

Se cambia el controlador de la calefacción a 5 y después de un poco comienza de nuevo la ebullición. Esta vez comienza a condensar en el termómetro a 120 °C. Se cambia el erlenmeyer colector por otro, en el que se recoge lo que destila entre 120 y 123 °C.

Se para la destilación apagando la manta calefactora, ya que queda muy poco líquido en el matraz y es peligroso destilar a sequedad.

Se etiquetan todos los erlenmeyer colectores para no confundir las fracciones.

El resultado obtenido es

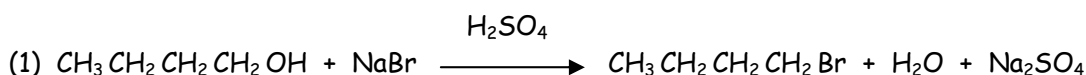
Fracción	temperatura	contenido
1	hasta 81 °C	2,4 mL
2	81-83 °C	27 mL
3	83-120 °C	1,7 mL
4	120-123 °C	26,5 mL
5	no destilado	2,3 mL

## Ejemplo de Experimento de síntesis

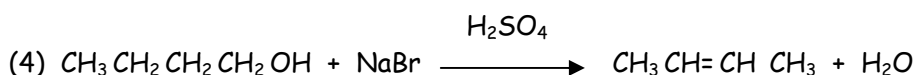
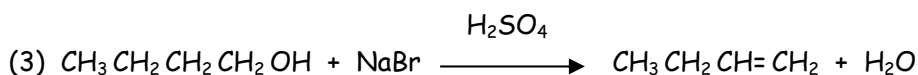
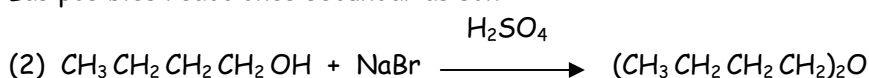
7 de Octubre

Título: Síntesis de 1-bromobutano a partir de 1-butanol

Introducción: Se sintetizará el 1-bromobutano de acuerdo a la reacción:



Las posibles reacciones secundarias son:



### Tabla de constantes físicas

nombre	formula	PM	dens.	p.f. (°C)	p.eb (°C)	solubilidad			
						agua	ete r	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> conc.	otros
1-butanol	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	74,12	0,8098	-89,8	117,5	s	∞		s EtOH
ácido sulfúrico	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,8211			∞			
bromuro sódico	NaBr	102,9				s			
1-bromobutano	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Br	137,03	1,1764	-112,3	101,3	i		i	s EtOH
dibutil eter	(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O	130,23			142	poco	∞		∞ EtOH
trans-2-buteno	CH <sub>3</sub> CH=CHCH <sub>3</sub>	56,10			25	i		reac	muy s EtOH
cis-2-buteno	CH <sub>3</sub> CH=CHCH <sub>3</sub>	56,10			1	i		rec	muy s EtOH
1-buteno	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	56,10			-5	i		reac	muy s EtOH

### Cálculo del rendimiento teórico

Se van a utilizar 17 mL de 1-butanol y 24,0 g de NaBr

Para el 1-butanol 17 mL x 0,8098 (g/mL) = 13,77 g de 1-butanol

13,77 g / 74,12 (g/mol) = 0,1857 moles de 1-butanol

Para el NaBr 24,0 g / 102,9 (g/mol) = 0,2332 moles

Luego el reactivo limitante es el 1-butanol

Si por cada mol de 1-butanol se forma 1 mol de 1-bromobutano, en la reacción se obtendrán

0,1857 moles de 1-bromobutano

0,1857 moles x 137,03 (g/mol) = 25,44 g de 1-bromobutano

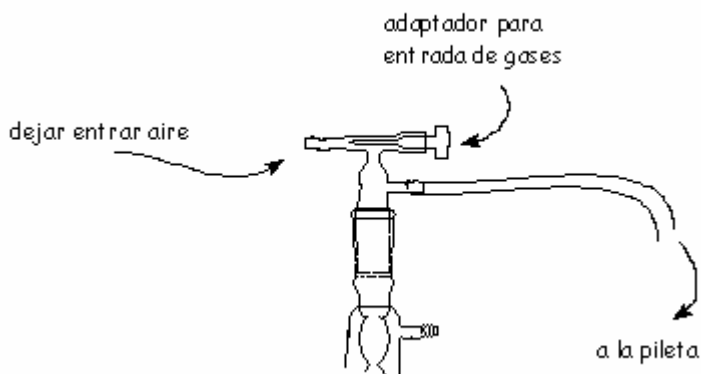
### Procedimiento (según Manual de prácticas, práctica 3)

- 1.- Poner 24,0 g de NaBr, 25 mL de agua y 17 mL de 1-butanol en un matraz de fondo redondo de 250 mL y enfriar en baño de hielo-agua hasta alcanzar una temperatura  $<10\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- 2.- Añadir LENTAMENTE 20 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, agitando.
- 3.- Recluir la mezcla durante 30 minutos.
- 4.- Dejar enfriar la mezcla y luego destilarla recogiendo el destilado en un matraz enfriado en un baño de hielo-agua. Seguir destilando hasta que el destilado no sea turbio.
- 5.- Cuando el destilado sea trasparente, poner unas gotas del mismo en un tubo de ensayo, añadir agua y agitar. Si se forman dos capas continuar destilando 5-10 minutos más y volver a repetir esta prueba.
- 6.- Lavar el destilado con 25 mL de agua
- 7.- Lavar el destilado con 15 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado frio.
- 8.- Lavar el destilado con 15 mL de disolución de NaOH al 10%.
- 9.- Secar sobre  $\text{MgSO}_4$  y filtrar con filtro de pliegues. Recoger el filtrado en un matraz redondo pequeño y seco.
- 10.- Destilar el producto seco empleando un equipo de destilación totalmente seco.

### Desarrollo experimental

Puestos 24,0 g de NaBr, 25 mL de agua y 17 mL de 1-butanol en un matraz de fondo redondo de 250 mL. Se mete en baño de hielo. Cuando el líquido está a  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , se añade el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  con pipeta y agitando. La mezcla se calienta un poco y se vuelve amarilla.

Se conecta al refrigerante de reflujo, y en la parte superior de este se monta una trampa de gases:



La mezcla se va oscureciendo durante el reflujo.

Mientras el reflujo se ponen 15 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  en un erlenmeyer, y se meten en un baño de hielo para tenerlo frio y usarlo en el punto 7.

Después de 30 minutos de reflujo se deja enfriar la mezcla de reacción hasta temperatura ambiente y luego se mete en baño de hielo-agua. En el matraz hay dos fases, las dos de color anaranjado. El color puede ser debido a algo de bromo que se haya liberado. El producto es una de las dos fases.

Se destila la mezcla y se recoge todo lo que destila por debajo de  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Al principio el destilado es muy turbio y blanquinoso (¿puede ser mezcla de agua y compuesto orgánico

inmiscible?) y luego ya es trasparente. Se para la calefacción y se cambia el matraz colector por un tubo de ensayo con 4 mL de agua, en un vaso para que se mantenga derecho. Cuando ha caído como 1 mL de destilado se vuelve a poner el matraz colector. Se agita muy bien el tubo de ensayo y NO SE FORMAN DOS CAPAS. Se continúa la destilación durante otros cinco minutos.

Se pasa el destilado a un ~~erlenmeyer~~ embudo de decantación. Se añaden 25 mL de agua (El agua se une a la capa superior => la capa superior es la acuosa => hay que guardar la capa inferior que es la orgánica)

Se lava el producto con los 15 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado ya fríos. La mezcla se calienta bastante en el embudo!. Cuidado al agitar.

Al lavar a continuación con 15 mL de hidróxido sódico al 10%, una vez en reposo después de agitar, compruebo cual es la fase acuosa añadiendo 5 mL de agua. Se quedan en la parte de arriba. Compruebo que la fase orgánica no tiene nada de ácido mirando el pH de la fase acuosa. El papel pH se pone azul, luego es básica.

La fase orgánica se pasa a un erlenmeyer de 50 mL y se añade sulfato magnésico anhidro hasta cubrir el fondo, se agita suavemente, se tapa y se deja reposar, agitando un poco de vez en cuando. Se deja así hasta que la disolución es totalmente trasparente.

Mientras tanto se monta un aparato de destilación. Para añadir el producto una vez seco al matraz de destilación, se quita el termómetro del montaje y se usa un embudo de vástago largo que se pone en su lugar. También se añade piedra pomez. Se vuelve a poner el termómetro en posición y se destila. Se recoge el destilado entre 100-103 °C

Se pasa el producto a un vial limpio etiquetado y tarado.

### Calculos

<del>Peso del vial etiquetado</del>	<del>20,2</del>
Peso del vial con el producto	36,6 g
Peso del vial etiquetado	<u>20,2 g</u>
Peso del producto	16,2 g

Rendimiento obtenido      16,2 g de 1-bromobutano

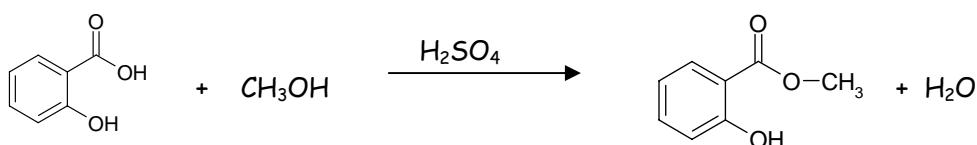
$$\% \text{ rendimiento} = \frac{16,2 \text{ g}}{25,44 \text{ g}} \times 100 = 63,7 \approx 64 \%$$

## Ejemplo de Informe de Laboratorio

Titulo: Preparación de Salicilato de metilo

Introducción:

Síntesis de salicilato de metilo (aceite de gaulteria) por esterificación de ácido salicílico con metanol catalizada por ácido sulfúrico.



ácido salicílico  
9,7 g, 0,070 mol

metanol  
5ml, 0,62 mol

salicilato de metilo

Datos físicos <sup>a</sup>	pm	p.f.	p.eb.	densidad	peligrosidad
Ácido salicílico	138	158	211 <sup>20mm</sup>	---	tóxico
Metanol	32	--	64	.792	tóxico, inflamable
Salicilato de metilo	152	--	223	1.18	
Cloruro de metileno	84.9	--	40	1.33	tóxico, posible carcinógeno, mutágeno
Ácido sulfúrico conc.	98		340 <sup>dec</sup>	1.83	corrosivo

<sup>a</sup> Lange's Handbook of Chemistry, 10<sup>th</sup> ed.

Procedimiento (según Pavia, y col. pp. 96 - 101)

- 1) Mezclar el ácido salicílico y el metanol en un matraz de fondo redondo de 100 mL.
- 2) Calentar suavemente la mezcla para disolver el ácido salicílico y añadir, gota a gota, 1mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc.
- 3) Calentar la mezcla a reflujo 1 hr., enfriar.
- 4) Transferir la mezcla de reacción a un embudo de separación y extraer 2 veces con porciones de 25 mL de cloruro de metileno.
- 5) Combinar las fases de cloruro de metileno y extraerlas primero con 25 mL H<sub>2</sub>O y luego con 25 ml de NaHCO<sub>3</sub> al 10% en agua.
- 6) secar la fase del cloruro de metileno sobre ~ 2 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidro.
- 7) Decantar la disolución seca a un matraz de destilación, y destilar a vacío recogiendo el producto que destila por encima de 100°C a 15 mm.

## Datos y Observaciones

Cálculos:  $9,7 \text{ g ácido salicílico} \times 1 \text{ mol}/138 \text{ g} = 0,070 \text{ mol}$

$25 \text{ mL metanol} \times 0,792 \text{ g/mL} \times 1 \text{ mol}/32 \text{ g} = 0,62 \text{ mol}$

el ácido salicílico es el reactivo limitante;  $0,070 \text{ mol} \times 152 \text{ g/mol} = 10,6 \text{ g}$  es el rendimiento teórico de salicilato de metilo

salicilato de metilo obtenido:

Peso del salicilato de metilo y el matraz	174,3 g
Peso del matraz	170,2 g
Peso del salicilato de metilo	4,1 g

$\% \text{ rendimiento} = [4,1 \text{ g} \times 1 \text{ mol}/152 \text{ g}] / 0,070 \text{ mol} = 39\%$

- 1) Al mezclar el ácido salicílico con el metanol hay un precipitado blanco que se disuelve al calentar.
- 2) Al extraer el bruto de reacción con cloruro de metileno se formó una pequeña emulsión, por lo que se perdió algo de producto.
- 3) Hubo algunos problemas para mantener constante la presión en la destilación a vacío. Se mantuvo entre 15 - 20 mm. El producto del matraz de destilación se fue oscureciendo al calentar.
- 4) Se recogió todo el producto que destiló por encima de  $100^\circ\text{C}$ , el producto tenía un color amarillo pálido.
- 5) Se registró el espectro IR (hoja unida al final) del producto destilado como película líquida entre dos cristales de AgCl. El espectro es el esperado para el salicilato de metilo.

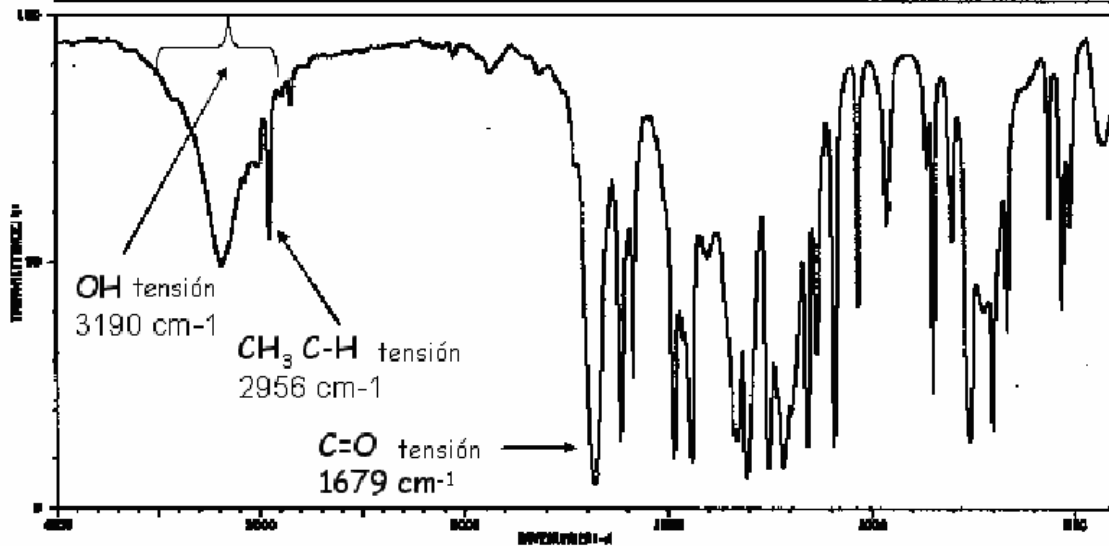
## Conclusiones

El rendimiento del producto fué 39%. Hubo alguna pérdida de producto debido a la emulsión que se formó en la extracción. Si se hubiera roto la emulsión probablemente se habría obtenido un rendimiento mayor. En cualquier caso los rendimientos son bajos al tratarse de un equilibrio, aunque estaba desplazado hacia la formación de los productos al haber usado un exceso de metanol (9 veces más de lo necesario).

El color amarillo pálido del producto destilado indica que no está puro, ya que el salicilato de metilo puro es incoloro.

# IR del Salicilato de metilo

HIT-NO=1168 SCORE= ( ) 8088-NO=727 CR-NIDA-00971 : LIQUID FILM  
 SALICILATO DE METILO  
 $C_9H_8O_3$



3190	47	1878	4	1828	18	1078	28	725	28
3074	84	1817	18	1806	6	864	66	702	16
2956	82	1608	28	1584	6	858	68	687	34
2928	79	1487	18	1517	7	848	82	669	67
2856	78	1443	8	1498	18	818	68	631	88
1798	84	1402	48	1196	80	801	68	612	88
1618	84	1388	14	1081	18	767	18	491	70

