

Preparación de Informes y Cuadernos de Laboratorio

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, se puede distinguir entre la elaboración de un informe de una experiencia concreta y la de un cuaderno de laboratorio.

Elaboración de un Informe

En un Informe se procede a comunicar los resultados obtenidos en el laboratorio por ejemplo en una práctica de una asignatura experimental

El informe debe constar de de los siguientes apartados:

1. Título del Experimento.

Debe ser claro y descriptivo de la experiencia realizada:

- 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: reacción de nitración mediante un proceso de sustitución aromática electrófila sobre benzoato de metilo), su uso en Química Orgánica (es muy común, es muy raro, 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).

Cómo tienen lugar las reacciones, si son comunes a otros tipos de sustratos, que papel hace cada uno de los reactivos (actúa como oxidante, reductor, nucleófilo, base, etc.) y el tipo de mecanismo de la reacción (S_N1 , sustitución electrófila aromática, eliminación, etc.). Debe también explicarse el mecanismo de la reacción, con un esquema indicando los movimientos de electrones mediante flechas curvadas 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), con lo cual se analiza 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 realiza la reacción justificando de forma razonada las operaciones que se han realizado

- 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 torre 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

Es 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):

Compuesto	PM	densidad	Cantidad (mL, g, o mg)	nº mol	nº eq

Es importante mencionar cualquier dato de interés que se observe en el transcurso de la reacción

- 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 han 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. Puede también relacionarse con otros conceptos o reacciones estudiadas en la asignatura.

6. Bibliografía.

En caso de emplear fuentes bibliográficas para

Confección de un Cuaderno de Laboratorio

Uno de los aspectos más importantes del trabajo en el Laboratorio es el de la confección de un cuaderno en donde queden recogidos de forma clara y reproducible los experimentos que se han realizado con la inclusión, entre otros de los siguientes apartados

- Descripción de la síntesis de un compuesto
- Procedimientos y técnicas empleadas

- Reactivos usados
- Productos obtenidos
- Rendimiento de las reacciones
- Métodos de purificación
- Constantes físicas
- Incidencias y observaciones
- Precauciones

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 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 la mejora de rendimientos.

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 mas seguro usar un cuaderno con las hojas unidas permanentemente y con las páginas numeradas.
2. Escribir lo que **realmente se ha hecho** en el experimento y no lo que se supone que se debería haber hecho. 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
4. Al desarrollar los procedimientos, procurar usar un estilo conciso y claro, 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

A efectos prácticos los experimentos de laboratorio se pueden clasificar en dos grandes grupos los cuales requieren un tratamiento diferente

- a. Técnicas Experimentales
- b. Síntesis de un producto

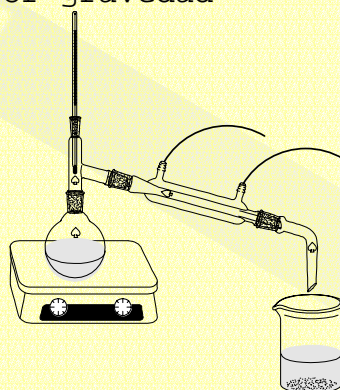
21/06/02

7

Separación de una mezcla de líquidos por destilación simple

La destilación simple es un método para la separación y purificación de líquidos. Se nos da una mezcla de líquidos para separarla por destilación

Previamente a la destilación se seca la mezcla añadiendo sulfato sódico anhidro. Se agita unos minutos y se elimina el desecante por filtración por gravedad.



Se transvasa el líquido a un matraz de fondo redondo y se monta el sistema de destilación simple sin olvidar añadir plato poroso (vol aprox. 105ml)

Es una obviedad

8

Comienza la ebullición y se recogen dos fracciones

	Temp.. ebullición	vol
1ª fracción	63°-69°	33 ml
2º fracción	80°-83°	64 ml

Cuando se observa un salto brusco en la temperatura de los vapores se deja de recoger destilado

Observaciones: Queda un pequeño volumen de líquido sin destilar de coloración más oscura que una vez frío se elimina en el recipiente de disolventes no clorados

No se dan otros datos. Los dos líquidos quedan sin identificar

Síntesis de un producto

La síntesis de un compuesto es la preparación de una sustancia con el mayor grado de pureza posible. A la hora de describir en el cuaderno de laboratorio la síntesis de un producto se deben de incluir los siguientes apartados

1. Título del experimento. Por ejemplo: “Síntesis del 1-bromobutano”
2. Esquema con la reacción que se realiza, anotando fórmula molecular y masa molecular
3. Esquema con las reacciones secundarias que se dan, si es que éstas se producen y se conocen
4. Reactivos y catalizadores empleados incluyendo
 - a. Fórmula molecular
 - b. Masa molecular
 - c. Propiedades físicas de los reactivos: Punto de fusión, densidad, riqueza
 - d. Cantidad empleada expresada en gramos y moles y en, su caso, en mililitros
5. Condiciones en las que se realiza la reacción:
 - a. Disolvente y cantidad del mismo
 - b. Forma en que se produce la adición de los reactivos:
 - i. Mezclar todo al principio
 - ii. Adición gota a gota si es líquido
 - iii. En pequeñas porciones si el reactivo es sólido
 - iv. En frío, en caliente
 - c. Temperatura a la que se produce la reacción (especificarlo, si es en frío , a temperatura ambiente, en caliente, a la temperatura de ebullición del disolvente.
 - d. Tiempo que tarda la reacción.
 - e. Necesidad de llevar a cabo la reacción en atmósfera inerte
 - f. Equipos y montajes usados: de uso general o modificados
6. Forma de seguir el desarrollo de la reacción: tiempo, cambio de color, cromatografía, técnicas espectroscópicas
7. Métodos de aislamiento y purificación del producto o productos obtenidos
8. Cantidad de producto final y cálculo del rendimiento en %
9. Propiedades físicas de los productos puros
 - a. Punto de fusión o ebullición
 - b. Poder rotatorio si es una molécula quiral
 - c. Datos espectroscópicos obtenidos a partir de los espectros de infra-rojo, resonancia magnética nuclear de carbono y protones, ultra-violeta
10. Estabilidad observada del producto y condiciones de almacenamiento

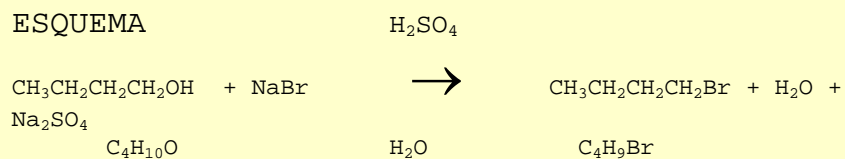
Algunos de los datos que se recogen en el cuaderno pueden darse en forma de tabla

22

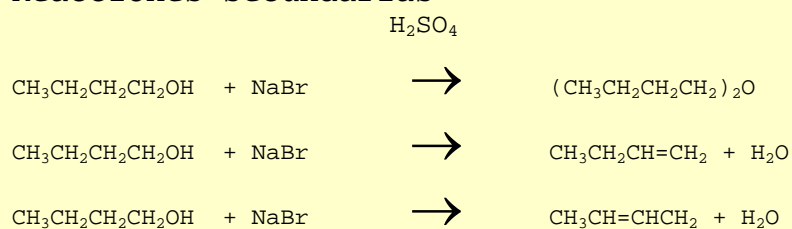
25/06/02

SÍNTESIS DEL 1-BROMOBUTANO

ESQUEMA



Reacciones secundarias



Reactivos

Nombre	formula	Masa Molecular	Densidad	Cantidad	Moles
1-butanol	C ₄ H ₁₀ O	74.12	0.80	17 ml	0.18
Ácido sulfúrico (96%)	H ₂ SO ₄	98	1.8	20 ml	0.35
Bromuro sódico	NaBr	102.9	-	24g	0.23
1-bromobutano	C ₄ H ₉ Br	137.0	1.27		

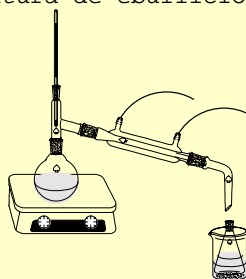
Disolvente: agua (25 ml)

23

25/06/02

Procedimiento

- Se colocan 24 gr de NaBr en 25 ml de agua junto a 17 ml de 1-butanol en un matraz de fondo redondo de 250 ml y se introduce el matraz en un baño de agua-hielo de manera que la temperatura no supere los 10 °
- Se añaden muy lentamente 20 ml de ácido sulfúrico concentrado agitando con mucha precaución
- El matraz se acopla a un sistema de reflujo y se calienta a la temperatura de reflujo del disolvente durante 30 minutos
- Una vez frío, se procede a separar el producto final por destilación mediante un montaje de destilación simple recogiendo el destilado en un colector sobre un baño de hielo hasta que el destilado que se obtiene no presente turbidez. Temperatura de ebullición: 100°-103°



- El destilado se transvasa a un embudo de decantación y se lava sucesivamente con

24

1. 25 ml de agua
2. 15 ml de ácido sulfúrico concentrado
3. 15 ml de disolución de hidróxido sódico al 10%

- El producto se seca sobre sulfato sódico anhidro
- Se elimina el desecante por filtración ,
obteniéndose 16.2 g

Cálculo del rendimiento

Rendimiento teórico

$$0.18 \text{ moles} \times 137.03 = 25.4 \text{ g}$$

$$\text{Rendimiento obtenido } 16.2 \text{ g} / 25.44 \times 100 = 63.7\%$$