

QUÍMICA GENERAL: MANUAL DE LABORATORI

M. Lluïsa Sagristà Grato vil
Margarita Mora Giménez
Joan Carles Domingo Pedrol
M. África de Madariaga de las Heras

Departament de Bioquímica i Biologia Molecular
Facultat de Química



UNIVERSITAT DE BARCELONA



QUÍMICA GENERAL: MANUAL DE LABORATORI

M. Lluïsa Sagristà Grato vil
Margarita Mora Giménez
Joan Carles Domingo Pedrol
M. África de Madariaga de las Heras

Departament de Bioquímica i Biologia Molecular
Facultat de Química

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA



Aquest text presenta la col·lecció de pràctiques que es proposa en el programa de l'assignatura de Química del Pla d'Estudis de l'Ensenyament de Biologia i que es cursa al llarg del 1er semestre de la llicenciatura.

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

El contingut de les pràctiques està relacionat amb el programa de teoria de l'assignatura per tal que l'alumnat comprovi experimentalment alguns dels fets que constitueixen la matèria d'estudi.

Així, el text, estructurat en blocs que es corresponen amb les sessions de laboratori que es duen a terme, contempla quatre apartats que han de permetre treballar experimentalment sobre els continguts més rellevants desenvolupats en les classes teòriques. La selecció de les experiències que constitueixen el programa d'aquestes pràctiques s'ha realitzat de manera acurada i s'ha revisat i modificat al llarg dels diferents cursos acadèmics per tal d'aconseguir una òptima relació entre teoria i pràctiques.

L'alumnat ha de desenvolupar els experiments proposats, ha d'interpretar els resultats obtinguts i ha de saber justificar-los sobre la base dels coneixements teòrics. D'altra banda, el manual és també un quadern de laboratori i, per tant, permetrà anotar el resultat de les experiències realitzades, les explicacions dels professors de pràctiques i les observacions personals respecte als resultats que s'obtinguin. A més, s'inclouen dues pràctiques addicionals que es realitzaran conjuntament entre el professor i l'alumnat.

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

ÍNDEX

A. INTRODUCCIÓ

1. Normes generals.	7
2. Símbols de perillositat	9
3. Normes de seguretat	11
4. Gestió dels residus	13

B. PROGRAMA DE PRÀCTIQUES

SESSIÓ I	19
----------	----

1. Normes de treball en un laboratori.	19
1.1. La seguretat en els laboratoris de pràctiques.	19
1.2. La gestió de la qualitat en els laboratoris de pràctiques	19
2. Estructura molecular	19
2.1. Estructura molecular: ús de models moleculars	19
2.1.1. Hibridació d'orbitals i angles d'enllaç	19
2.1.2. Estructura de molècules orgàniques	19
3. Química orgànica	23
3.1. Síntesi orgànica	23
3.1.1. Esterificació	23
3.1.2. Saponificació	23
3.2. Identificació de compostos orgànics	23
3.2.1. Aldehids	23
3.2.2. Cetones	23
3.2.3. Sucres	23
3.3. Precipitació de proteïnes per acció del pH	23
3.3.1. Fonament teòric	23
3.3.2. Procediment	23
3.4. Lípids: Formació d'emulsions.	23
4. Treball de laboratori	24

SESSIÓ II	31
-----------	----

1. Dissolucions i electròlits	31
1.1. Electròlits	31
1.1.1. Reacció iònica de bescanvi protònic. Obtenció d'amoníac.	31
1.1.2. Indicadors	31
1.1.3. Hidròlisi de les sals	31
1.1.4. Efecte de l'ió comú sobre l'equilibri iònic	31
1.2. Dissolucions amortidores	31
1.2.1. Preparació d'un tampó de glicina 0,1 M de pH 9,0.	31
1.2.2. Efecte de la dilució i de l'addició d'àcids i de bases sobre el pH i la capacitat amortidora	32
2. Treball de laboratori	33

SESSIÓ III 39

1. Reaccions químiques i velocitat de reacció 39

1.1.Reaccions químiques.....	39
1.1.1.Dissociació	39
1.1.2.Oxidació-reducció	39
1.2.Calors de reacció	39
1.2.1.Calor de neutralització	39
1.2.2.Calor de dilució	39
1.2.3.Calor de dissolució	39
1.2.4.Calor de cristal·lització	39
1.3.Velocitat de reacció	39
1.3.1.Influència de la temperatura	39
1.3.2.Influència de la concentració.....	39
1.3.3.Influència d'un catalitzador.....	40
1.4.Conductivitat de les dissolucions d'electròlits	40
1.5.Variació de la conductivitat equivalent amb la dilució	40

2. Treball de laboratori 41

SESSIÓ IV 47

1. Anàlisi quantitativa 47

1.1.Volumetria de neutralització	47
1.1.1.Preparació d'una dissolució d'HCl d'aproximadament 0,5 M.....	47
1.1.2.Valoració de la dissolució d'HCl preparada amb dissolució valorada d'NaOH	47
1.2.Volumetria d'oxidació-reducció	47
1.2.1.Valoració d'una dissolució de peròxid d'hidrogen	47

2. Anàlisi qualitativa..... 48

2.1.Separació d'una mescla d' α -aminoàcids per cromatografia sobre silicagel	48
2.1.1.Fonament teòric.....	48
2.1.2.Condicionament de la cubeta cromatogràfica i preparació dels patrons.....	48
2.1.3.Preparació de la placa cromatogràfica i desenvolupament del cromatograma	48

3. Treball de laboratori 50

INTRODUCCIÓ

1. NORMES GENERALS

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

2. SÍMBOLS DE PERILLOSITAT

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

3. NORMES DE SEGURETAT

- Talls i laceracions

Els talls amb vidres són un dels accidents més freqüents al laboratori en treballar amb termòmetres, tubs de vidre, etc. En cas de produir-se un tall amb un material de vidre, s'ha de rentar bé la zona amb força aigua corrent. Si deixa de sagnar aviat es tapa amb un apòsit adequat. Si el tall és gran i no para de sagnar s'ha d'acudir immediatament al servei mèdic de la facultat.

- Precaucions contra incendis

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

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

- Extinció d'incendis

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

- Si es produeix un petit incendi s'han de tancar, primerament, les aixetes del gas.
- Si l'incendi afecta la roba, cal allunyar la víctima del foc i embolicar-la amb una manta antifoc procurant que les zones incandescentes restin tapades.
- Si els recipients (matrassos, flascons, vasos, etc.) s'inflamen, cal tapar-los amb un drap mullat amb aigua.
- Si es vessen líquids inflamables damunt la taula i s'inflamen, s'apagaran amb sorra o amb extintors. Mai s'emprarà aigua si el líquid inflamable és insoluble en ella.

- Cremades

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

- Protecció dels ulls

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

A més a més, es tindran en compte les següents recomanacions:

- Quan es faci una reacció en un matràs o en un tub d'assaig no s'ha de mirar mai per damunt de la boca del recipient.
- Si algun esquitx arriba accidentalment a l'ull cal fer ràpidament (menys de 15 segons) el tractament que s'indica a continuació: es rentarà primer l'ull amb molta aigua en un rentatúlls, i tot seguit, amb una dissolució de bicarbonat de sodi a l'1 % en el cas d'un esquitx produït per àcids. En cas d'un esquitx amb un líquid alcalí, el segon rentat es farà amb aigua de brom o amb una dissolució d'àcid bòric. Tot seguit cal aplicar-hi un col·liri i portar l'accidentat al servei mèdic de la facultat.
- No s'han de dur mai lents de contacte en un laboratori, ja que en el cas d'un accident els productes químics esquitxats als ulls o els seus vapors poden passar darrere de les lents i provocar lesions als ulls abans de poder-les retirar.

- Mescles explosives

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

- Precaucions generals

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

- En el cas d'haver de diluir àcid sulfúric, les precaucions han de ser màximes. SEMPRE es farà la dilució abocant l'àcid sobre l'aigua, lentament i agitant-ho.
- Si l'àcid sulfúric cau sobre la pell es rentarà la zona amb aigua, i després amb carbonat o bicarbonat de sodi. Finalment es cobrirà la part afectada, si és possible, amb una lleugera capa de la pomada que hi ha a la farmaciola d'urgència del laboratori (liniment òleo-calcari o un de semblant).
- Les ferides produïdes per altres àcids (níttric, clorhídric, etc.) es rentaran amb aigua i dissolució diluïda de bicarbonat de sodi.
- En el cas d'àlcalis, es rentarà la zona afectada amb força aigua corrent, i després amb dissolució saturada d'àcid bòric o acètic a l'1 %. S'assecarà i es cobrirà la zona afectada amb una pomada d'àcid tànnic.
- Les cremades de brom es tractaran amb benzè o gasolina.
- Les cremades provocades per substàncies orgàniques (del tipus del fenol, etc.) es rentaran amb alcohol, aigua i sabó.
- Quan s'hagi d'escalfar un tub d'assaig, es farà inclinant el tub i escalfant la part superior del líquid, mai el fons. Es procurarà no apuntar els companys ni un mateix.
- Els flascons o botelles que continguin gasos nocius s'obriran sempre a la vitrina, mai a la taula de treball.
- Les aixetes (d'aigua, de gas, etc.) que no s'estiguin usant, es mantindran sempre tancades.
- Els materials inservibles com materials insolubles, papers de filtre, llumins apagats, etc., es llençaran als cubells, i mai al desguàs.
- No s'ha de treballar sol al laboratori, ja que en cas d'accident, no es podria rebre l'ajut necessari, cosa que podria tenir conseqüències molt greus.

- Vitrines

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

- Important

Està prohibit fumar al laboratori.

Està prohibit menjar i beure al laboratori ja que hi ha la possibilitat que els aliments o les begudes es contaminin.

Després de realitzar un experiment i abans de sortir del laboratori cal rentar-se sempre les mans.

4. GESTIÓ DELS RESIDUS

- Sabeu què heu de fer amb els vostres residus?

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

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

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

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

- Tipus de residus que podeu generar al laboratori on us trobeu

RESIDUS PERILLOSO O ESPECIALS

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

RESIDUS BANALS

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

- On estan situats els contenidors de residus?

Al laboratori trobareu diferents zones de recollida de residus:

- Zona de contenidors per a Residus químics en estat líquid.
- Zona de contenidors per a Residus químics en estat sòlid. Al costat d'aquests contenidors trobareu un contenidor on poder disposar Paper contaminat amb productes químics i guants.
- Al laboratori hi ha una zona destinada a contenidors per als següents tipus de residus:
 - Recipients lleugers (alumini i plàstic no contaminat amb productes químics).
 - Vidre net (no contaminat amb productes químics).
 - Vidre contaminat amb productes químics (que no sigui punxant).
 - Material punxant contaminat amb productes químics (hi heu de disposar el vidre contaminat que sigui punxant, com capil·lars de vidre, pipetes Pasteur, etc.).
 - Distribuïts pel laboratori trobareu també contenidors per a Paper no contaminat amb productes químics (com fulls de llibreta, etc.).
- El laboratori disposa també d'un contenidor de residus per a la fracció de rebuig.

- Què heu de fer amb els residus químics que genereu?

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

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

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

CATEGORIES DE RESIDUS	ESTAT FÍSIC	COLOR DE L'ETIQUETA
Compostos orgànics no halogenats	Líquid	Verd
Dissolucions aquoses orgàniques o d'alta DQO	Líquid	Blau cel
Metalls pesants	Sòlid	Groc
	Líquid	
Compostos inorgànics no tòxics	Sòlid	
	Líquid	

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

- Molt important:

- Gestioneu els vostres residus immediatament després de generar-los. D'aquesta manera evitau possibles confusions i accidents.
- Els residus sòlids i els líquids s'han de recollir sempre separatament, sense mesclar-los.
- Per evitar possibles reaccions no desitjades, els residus s'han de segregar únicament segons la classificació establerta: no feu mescles de residus que pertanyin a diferents categories.
- Per motius de seguretat, els contenidors de residus han de mantenir-se sempre tancats: quan acabeu d'abocar-hi un residu, tanqueu-lo immediatament.
- No ompliu mai els contenidors de residus més d'un 90 % de la seva capacitat. D'aquesta manera evitau possibles accidents per esquitxades, vessaments o sobrepressions. Si observeu que algun contenidor ja s'ha omplert fins al nivell de seguretat, comuniqueu-ho al professorat assignat a les pràctiques per tal que es procedeixi al seu reemplaçament per un de nou.
- En el cas de vessament accidental d'un residu, si es tracta d'un sòlid l'haureu de recollir amb molta cura, evitant el contacte amb la pell. Si el vessament és de mercuri, al laboratori existeix un absorbent específic per a mercuri. En el cas de vessament de líquids, al laboratori trobareu 3 tipus d'absorbents: un per a àcids, un per a bases i un per a dissolvents orgànics. Consulteu el PNT sobre la utilització del kit de reactius per a vessaments al laboratori.
- En cas d'observar qualsevol deficiència, poseu-la immediatament en coneixement del professorat assignat a les pràctiques.

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

- Gestió dels residus generats a cada pràctica

SESSIÓ I

RESIDUS	TRACTAMENT
Solució aquosa d'etanol amb benzoat etílic	Aboqueu-la al <i>contenidor de Residus de dissolucions aquoses orgàniques o d'alta demanda química d'oxigen (DQO)</i> .
Solució alcohòlica de sabó	Aboqueu-la al desguàs amb excés d'aigua.
Solucions amb test de Felhing positiu	Aboqueu-les al contenidor de <i>Residus líquids de metalls pesants</i> .
Solucions amb test de Felhing negatiu	Aboqueu-les al desguàs amb excés d'aigua.
Solució àcida amb caseïna precipitada	Afegiu-hi unes gotes d'una dissolució d'NaOH per tal de neutralitzar l'àcid i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Barreges oli-sabó	Aboqueu-les al desguàs amb excés d'aigua.

SESSIÓ II

RESIDUS	TRACTAMENT
Paper indicador de pH	Aboqueu-lo al contenidor de <i>Paper contaminat amb productes químics i guants</i> .
Solució bàsica d' NH_4Cl	Mescleu-la amb les restes d'HCl (*), diluïu-ho amb aigua i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
HCl 10 M (*)	Mescleu-lo amb el residu d' NH_4Cl i seguiu el tractament descrit.
Solucions àcides (HCl)	Mescleu-les amb el residu bàsic per neutralitzar l'àcid, comproveu-ne el pH i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Solucions bàsiques (NaOH)	Mescleu-les amb les restes d'HCl, diluïu-ho amb aigua i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Solució aquosa amb indicador	Aboqueu-la al desguàs amb excés d'aigua.
Solucions aquoses d' Na_2CO_3 i NaHCO_3	Mescleu-les amb les restes d'HCl (*), diluïu-les amb aigua i aboqueu-les al desguàs amb excés d'aigua.
Solució aquosa d' $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Ajunteu totes les solucions d' Al^{3+} resultants dels assaigs i aboqueu-les al contenidor de <i>Residus líquids de compostos inorgànics no tòxics</i> .
Solució bàsica d' NH_3	Mescleu-la amb les restes d'HCl, diluïu-ho amb aigua i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Solució bàsica amb $\text{Mg}(\text{OH})_2$	Aboqueu-la al contenidor de <i>Residus líquids de compostos inorgànics no tòxics</i> .
Tampó de glicina	Aboqueu-lo al desguàs amb excés d'aigua.

SESSIÓ III

RESIDUS	TRACTAMENT
CuSO_4	Aboqueu-lo al contenidor de Residus sòlids de metalls pesants .
CuO	Aboqueu-lo al contenidor de Residus sòlids de metalls pesants .
Clau de ferro recobert de coure	Aboqueu-lo al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .
Solució de Cu^{2+} i Fe^{2+}	Aboqueu-la al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .
Solució àcida de Fe^{2+}	Aboqueu-la al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .
Solucions amb fil d'aram	Aboqueu-les al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .
Solució d' NaCl (procedent de la reacció de neutralització)	Aboqueu-la al desguàs amb excés d'aigua.
Solució d' H_2SO_4	Mescleu-la amb 3mL d' NaOH 10 M, diluïu-ho amb aigua i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Solució d' NH_4NO_3	Aboqueu-la al contenidor de Residus líquids de compostos inorgànics no tòxics .
Solucions d'àcid oxàlic i Mn^{2+}	Ajunteu totes les solucions d' Mn^{2+} resultants dels assaigs i aboqueu-les al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .
Plaques de Zn	Aboqueu-les al contenidor de Residus sòlids de metalls pesants .
Solució àcida (HCl) de Zn^{2+}	Aboqueu-la al contenidor de Residus líquids de metalls pesants .

SESSIÓ IV

RESIDUS	TRACTAMENT
Volumetria de neutralització	
Restes d'HCl	Mescleu-les amb el residu d'NaOH (*), comproveu-ne el pH (~7,0) i aboqueu-ho al desguàs amb excés d'aigua.
Restes d'NaOH(*)	Mescleu-les amb el residu d'HCl i seguïu el tractament descrit.
Solucions valorades	Aboqueu-les al desguàs amb excés d'aigua.
Volumetria d'oxidació-reducció	
Restes d'H ₂ O ₂ (solució diluïda)	Aboqueu-les al desguàs amb excés d'aigua.
Restes de KMnO ₄	Aboqueu-les al contenidor de Dissolucions aquoses orgàniques o d'alta DQO .
Solucions valorades	Aboqueu-les al <i>contenidor de Residus líquids de metalls pesants</i> .
Separació d'una mescla d'α-aminoàcids	
Placa de sílice contaminada	Aboqueu-la al <i>contenidor de Residus sòlids de compostos inorgànics no tòxics</i> .
Capil·lars de vidre	Aboqueu-los al <i>contenidor de Material punxant contaminat amb productes químics</i> .