



Documentación

NTP 464: Prevención del riesgo en el laboratorio químico: operaciones básicas

Prévention du risque au laboratoire de chimie: opérations basiques
Risk prevention in the chemical laboratory: basic procedures

Redactores:

M.G. Rosell Farrás
Ingeniero Técnico Químico

X. Guardino Solá
Doctor en Ciencias Químicas

CENTRO NACIONAL DE CONDICIONES DE TRABAJO

El primer paso en la evaluación de riesgos en el laboratorio químico está relacionado con la peligrosidad intrínseca de los productos químicos empleados. Sin embargo, es evidente que el riesgo que generan estos productos proviene no solamente de esta peligrosidad, sino también de las operaciones a que se someten, ya que es durante su desarrollo cuando tienen lugar la mayor parte de exposiciones o accidentes. En esta NTP se pasa revista a las operaciones más corrientes que se realizan en un laboratorio de química, mencionando sucintamente los riesgos que pueden generar y la manera adecuada de prevenirlos.

Introducción

Cualquier operación del laboratorio en la que se manipulen productos químicos presenta siempre unos riesgos. Para eliminarlos o reducirlos de manera importante es conveniente, antes de efectuar cualquier operación, hacer una lectura crítica del procedimiento a seguir, asegurarse de disponer del material adecuado, manipular siempre la cantidad mínima de producto químico, llevar las prendas y accesorios de protección adecuados (si son necesarias) y tener previsto un plan de actuación en caso de incidente o accidente. A continuación se revisan una serie de operaciones habituales en el laboratorio químico, relacionando los posibles riesgos existentes y las correspondientes actuaciones para su eliminación o reducción.

Trasvases de líquidos

Los trasvases se pueden realizar por vertido libre, con sifón o con la ayuda de una bomba.

En el primer caso puede haber riesgos de vertido de líquidos e intoxicación por vapores. Para la prevención de estos *riesgos* es aconsejable:

- Emplear una bomba o un sifón para trasvases de gran volumen.
- Utilizar gafas o pantallas de protección facial cuando se trasvasen productos

irritantes o corrosivos. Para trasvasar ácidos y bases se recomiendan los guantes de PVC (cloruro de polivinilo) o de policloropreno. En todo caso deberá comprobarse siempre que los guantes sean impermeables al líquido trasvasado.

- Suprimir las fuentes de calor, llamas y chispas en la proximidad de un puesto donde se realicen trasvases de líquidos inflamables. Si la cantidad de producto a trasvasar es importante, debe realizarse la operación en un lugar específico acondicionado especialmente y con ventilación suficiente.
- Volver a taponar los frascos una vez utilizados.

Cuando la operación de trasvase es mediante sifón o bombeo puede haber riesgo de explosión por sobrepresión. Para evitar este riesgo, la alternativa es, evidentemente, la utilización del vaciado por gravedad. Si se emplea una bomba puede equiparse con dispositivos de seguridad para evitarlo. También en este caso deberá comprobarse siempre la adecuación de la bomba al producto a trasvasar: Compatibilidad de materiales, corrosión, contaminación, riesgo de explosión, etc.

Al trasvasar cantidades importantes de líquidos no conductores debe valorarse siempre el problema de la electricidad estática.

Operaciones con vacío

Entre las diferentes operaciones en que se puede utilizar el vacío destacan la evaporación, la destilación, la filtración y el secado (en desecadores) Estas operaciones presentan riesgos de implosión del aparato y proyección de material, aspiración de un líquido y mezcla imprevista de productos que reaccionen violentamente.

Para el control de estos riesgos es recomendable:

- Utilizar recipientes de vidrio especiales capaces de soportar el vacío (paredes gruesas o formas esféricas) e instalar el aparato en un lugar donde no haya riesgo de que sufra un choque mecánico.
- Recubrir con una cinta adhesiva o una red metálica el recipiente en depresión.
- El paso de vacío a presión atmosférica debe hacerse de manera gradual y lentamente.
- Tener en cuenta que cuando se utiliza para el vacío una trompa de agua y se cierra lentamente el grifo de alimentación, puede tener lugar un retorno de agua al recipiente donde se hace el vacío; si este recipiente contiene algún producto capaz de reaccionar con el agua, la reacción puede ser violenta. Para evitarlo hay que cerrar primero el grifo que debe colocarse entre el aparato sometido a vacío y la trompa. También es útil colocar entre ellos un recipiente de seguridad.

Evaporación al vacío

Se llevan a cabo normalmente en evaporadores rotativos (rotavapor) que permiten el calentamiento y la agitación por rotación de la muestra tratada al vacío, debiéndose tener en cuenta las siguientes precauciones.

- Los balones no deben llenarse excesivamente y debe evitarse un sobrecalentamiento

de la mezcla tratada por evaporación. Si existe la posibilidad de que se formen productos inestables (p.e., peróxidos) no se llevará la mezcla a sequedad.

- Debe esperarse el enfriamiento del balón que contenga la mezcla antes de eliminar el vacío. Este enfriamiento progresivo se puede lograr apartando la muestra del baño, mientras se mantiene la agitación.
- Para evitar que los vapores eliminados deterioren la bomba de vacío o bien contaminen el agua en caso de emplear trompas de agua se puede colocar una trampa refrigerada.

Destilación al vacío

En las destilaciones a vacío, la ebullición del líquido debe regularse mediante un tubo capilar que haga borbotear aire o un gas inerte, en función de los requerimientos de ausencia de oxígeno o humedad. Conviene verificar que en el transcurso de la operación no se produzca una obturación del capilar por inicio de cristalización, por ejemplo. Si se utiliza refrigerante de paso estrecho también debe vigilarse que no ocurra la obturación en él.

La calefacción no debe empezar hasta que el vacío se ha establecido, a fin de evitar el desencadenamiento espontáneo de la ebullición, con riesgo de la pérdida de producto y contaminación general del sistema.

Al concluir la destilación debe enfriarse el sistema antes de detener el vacío, ya que la introducción del aire en un balón caliente podría producir inflamaciones o explosiones del residuo obtenido en la destilación. El paso del vacío a la presión normal debe hacerse de manera lenta, pudiéndose emplear para ello el capilar usado en la regulación del vacío.

Filtración al vacío

Los matraces para la filtración al vacío deben ser de vidrio de elevada calidad, hallarse en excelente estado de conservación y deben fijarse con solidez evitando tensiones. Si la filtración es defectuosa por las características propias de los productos manipulados debe considerarse que un aumento de vacío no va a mejorar el rendimiento ni el tiempo de filtrado; sí, en cambio, el riesgo de implosión. Puede ser aconsejable la aplicación de otras medidas como la presión o el filtrado en pequeñas cantidades con el fin de evitar la colmatación del fritado o del filtro de papel. En este último caso debe estarse siempre pendiente de su posible rotura.

Secado al vacío

Los desecadores deben colocarse en lugares poco expuestos a golpes y caídas, fuera del alcance de la luz solar, especialmente cuando contienen productos inestables. Cuando se hallan al vacío no deben ser jamás transportados. Cuando se emplee un desecador al vacío debe protegerse mediante redes metálicas o de un material cuya resistencia haya sido contrastada. Deben lubricarse adecuadamente los bordes de contacto y las llaves. Entre el desecador y la trompa de vacío debe colocarse un matraz o borboteador de seguridad a fin de evitar los posibles retornos del agua que podrían afectar los productos que tiene el desecador y reaccionar violentamente con los deshidratantes colocados en éste.

Mezcla de productos o adición de un producto

Puede tener lugar una reacción imprevista acompañada de un fenómeno peligroso (explosión, proyección).

Para el control de este riesgo es recomendable disponer de un protocolo de actuación y de información sobre la identidad y peligrosidad de los productos que se manipulan. Por otro lado, cuando se trata de la adición de un reactivo, la velocidad debe de ser proporcionada a la reacción producida. Debe ser especialmente lenta si la reacción es exotérmica, provoca espuma, ocurre o puede ocurrir una polimerización rápida, etc.

Reacciones químicas

La peligrosidad de las reacciones químicas se puede evaluar a partir de los grupos químicos de las moléculas que intervienen, haciendo un balance de oxígeno para conocer el comportamiento de un compuesto durante su oxidación o a partir de los datos termodinámicos conocidos o medidos de los elementos, grupos químicos o moléculas que constituyen los productos o reactivos.

De una manera general, todas las reacciones exotérmicas están catalogadas como peligrosas ya que pueden ser incontrolables en ciertas condiciones y dar lugar a derrames, emisión brusca de vapores o gases tóxicos o inflamables o provocar la explosión de un recipiente.

Para controlar estos riesgos cuando se trabaja a una temperatura a la que las sustancias reaccionan inmediatamente, es recomendable controlar la reacción adicionando los reactivos en pequeñas cantidades. También es recomendable emplear un termostato para controlar y no sobrepasar la temperatura indicada. Si la reacción es muy peligrosa, se emplean en ella cantidades importantes de producto (nivel planta piloto) o bien requiere un control muy ajustado de la temperatura, los termostatos se colocan en cascada para reforzar la seguridad. En todo caso debe existir un protocolo de actuación para el caso de pérdida del control de la reacción.

Otros tipos de reacciones consideradas peligrosas son las siguientes:

- Compuestos que reaccionan violentamente con el agua.
- Compuestos que reaccionan violentamente con el aire o el oxígeno (inflamación espontánea)
- Sustancias incompatibles de elevada afinidad.
- Reacciones peligrosas de los ácidos.
- Formación de peróxidos y sustancias fácilmente peroxidables
- Reacciones de polimerización.
- Reacciones de descomposición.

Extracción con disolventes volátiles

Extracción en caliente

La extracción líquido-sólido o líquido-líquido en caliente es una operación relativamente rutinaria en los laboratorios de química. El caso más habitual es la extracción con el sistema soxhlet. Dado que para ella se suelen emplear líquidos volátiles inflamables, cualquier sobrepresión en el montaje o una fuga de vapor puede provocar un incendio. Téngase en cuenta que siempre que se manipulen sustancias de estas características se presenta riesgo de incendio y explosión.

Los sistemas para el control de estos *riesgos* son:

- Calentar el sistema de extracción empleando un baño maría o en un baño de aceite a una temperatura suficiente, pero no más alta, para asegurar la ebullición del disolvente.
- Realizar la operación en vitrina.
- Disponer de un sistema de actuación (extintor manual adecuado, manta ignífuga, etc.) próximo al lugar de la operación.
- Cuando la extracción sea de larga duración es recomendable disponer de un sistema de control del agua de refrigeración frente a posibles cortes.

Extracción líquido-líquido

En la mayor parte de los procesos de extracción líquido-líquido a temperatura ambiente, una de las fases es un compuesto orgánico volátil, normalmente un disolvente inflamable, por lo que habrá que aplicarle las recomendaciones generales frente a la utilización de este tipo de compuestos que ya se han citado (sobrepresión, presencia de vapores inflamables).

Si se emplea un embudo de decantación con agitación manual, existe además el problema del contacto directo con los productos y la posibilidad de proyecciones de líquidos e inhalación de concentraciones elevadas de vapores al aliviar la presión del embudo (generada por la vaporización durante la agitación) a través de la válvula de la llave de paso. En esta operación es recomendable usar guantes impermeables, ropa de protección y, si las sustancias que intervienen en el proceso tienen características de peligrosidad elevadas, realizar la operación en vitrina, aunque ello represente incomodidad.

Extracción sólido-líquido

La extracción sólido-líquido (procedimiento mediante el cual se retiene el producto a extraer de un líquido en un sólido adsorbente o impregnado por un absorbente) presenta un uso cada vez más extendido. El procedimiento, por sus propias características (poca cantidad de muestra y, en consecuencia, de productos a manipular, posibilidad de automatización, etc.) presenta pocos problemas. Los riesgos más característicos son los derivados de la utilización de presión y vacío en los sistemas semiautomatizados y de manipulación inadecuada en caso de obstrucción del cartucho o del disco de extracción.

Destilación

La destilación es una de las operaciones más habituales en los laboratorios. En ella hay que tener en cuenta los posibles riesgos de:

- Rotura del recipiente e inflamación.

- Paro de la refrigeración provocando la emisión de vapores y generación de una atmósfera inflamable.
- Ebullición irregular con posibilidad de desprendimiento de vapores y proyecciones y salpicaduras.

Las pautas de actuación para el control del riesgo son:

- El aparato o el montaje de destilación debe estar adaptado a las cantidades y características de los productos a destilar.
- Si el producto a destilar puede contener subproductos de descomposición de características peligrosas o desconocidas, debe llevarse a cabo la destilación con muchas precauciones (vitrina, apantallamiento, protecciones personales, material de intervención, etc.) y en cantidades pequeñas, que pueden aumentarse paulatinamente en caso de que no se observen anomalías. La utilización de pequeñas cantidades de productos en todas aquellas operaciones sobre las que no se tiene información previa del posible comportamiento de las sustancias presentes es una norma general a aplicar en la reducción de riesgos en el laboratorio.
- El calentamiento debe hacerse preferentemente mediante mantas calefactoras o baños (aceite, arena) que deben colocarse encima de sistemas móviles (elevadores) con el fin de permitir un cese rápido del aporte de calor en caso de necesidad.
- Para los líquidos inflamables puede ser ventajoso utilizar un recipiente metálico que evita los riesgos de rotura aunque presenta el inconveniente de que no permite ver la cantidad de líquido que queda en el recipiente.
- Examinar siempre el material y la estanqueidad del montaje de destilación, sobretodo en el caso de líquidos inflamables, antes de cada operación para evitar un fallo eventual o una fuga.
- Regularizar la ebullición introduciendo antes de iniciar la aplicación de calor algunos trocitos de porcelana porosa o de vidrio en el líquido a destilar.
- Trabajar, siempre que sea posible, en vitrinas.
- Disponer de equipos de protección personal (sobretodo, gafas de seguridad).
- Utilizar dispositivos de control de temperatura, de aporte de calor y de la refrigeración.
- Prestar atención a la temperatura de autoinflamación (autoignition point) de las sustancias presentes en la mezcla de destilación.
- La aplicación de vacío, que puede representar problemas añadidos, se ha comentado en el apartado de operaciones con vacío.

Riesgos en la destilación de éteres

Los éteres, por envejecimiento a lo largo de su almacenamiento así como por acción de la luz, se oxidan a peróxidos explosivos. La oxidación de un éter recientemente destilado puede ser rápida (tres días para el tetrahidrofurano, una semana para el éter etílico). En el

transcurso de una destilación de un éter peroxidado, el peróxido poco volátil se concentra y la explosión se produce cuando sólo queda el peróxido en el recipiente. Éste es un accidente descrito muy corrientemente. También hay que destacar que el éter isopropílico es aún más peligrosos que el éter etílico.

Para el control del riesgo, antes de destilación de un éter es conveniente realizar una prueba para detectar la presencia de peróxido (con yoduro de potasio o tiocianato ferroso). Para eliminar el peróxido existen diferentes métodos dentro de los cuales se elegirá el más apropiado. Después de la operación se volverá a realizar la prueba de peróxidos para verificar la desaparición del mismo. La adición de un inhibidor a un producto recientemente obtenido puede ralentizar su peroxidación.

Evaporación - secado

Las operaciones de evaporación y secado, cuando se trata de disolventes, presentan el riesgo de desprendimiento de vapores tóxicos o inflamables. Para su prevención son acciones adecuadas:

- Efectuar la operación en el interior de una vitrina o emplear un evaporador rotatorio.
- Si el aporte de calor mediante estufa es indispensable se utilizará una que esté ventilada, disponga de un sistema de aspiración de vapores y se trabajará siempre a temperaturas moderadas, asegurándose que en ningún punto del interior o exterior de la estufa se puede sobrepasar el punto de autoinflamación.
- La evaporación de un producto empapado de un líquido volátil se puede efectuar en frío.
- La evaporación y secado con aplicación de vacío se ha comentado en el apartado de operaciones con vacío.

Desecación de un líquido

En muchos casos se utilizan compuestos sólidos peligrosos para eliminar el agua presente en líquidos orgánicos. Algunos de estos productos pueden presentar riesgo de explosión. Los más usuales son los que citan a continuación.

Perclorato de magnesio

La mayoría de las explosiones como consecuencia de la utilización de este producto en el transcurso de una operación de deshidratación se deben al residuo de ácido perclórico (contenido en la sal) que se combina para formar un perclorato orgánico explosivo. Como medida de prevención puede ser reemplazado por el pentóxido de fósforo aunque éste, a su vez, es corrosivo (provoca quemaduras graves).

Sodio

Sólo se debe utilizar para eliminar la humedad de un líquido ya secado previamente. No debe olvidarse que el sodio se transforma en hidróxido con la producción de hidrógeno a partir de la humedad. El hidrógeno puede crear una sobrepresión y es un gas muy inflamable. El peróxido de sodio es explosivo por simple frotación, igual que el peróxido de potasio.

Limpieza del material de vidrio

El proceso de limpieza manual del material de vidrio del laboratorio es muy habitual. Además, en muchos casos suele ser llevado a cabo por personal no especialista (empresas de limpieza) que debe ser puntualmente informado de las características de esta operación, la manera de llevarla a cabo adecuadamente y los riesgos que presenta, que pueden ser debidos a: los propios productos de limpieza, como intoxicación, dermatitis y quemaduras cutáneas y oculares; al material de vidrio, como cortes y heridas debido a su rotura, y a los residuos de productos contenidos en el material.

Las medidas de prevención adecuadas frente a estos riesgos son:

- Formación e información del personal encargado de la limpieza.
- Ventilación del local destinado a la limpieza de material. La ventilación debe ser la suficiente para garantizar una atmósfera saludable.

Con el fin de reducir al mínimo el riesgo de contacto o de inhalación de sustancias peligrosas es necesario vaciar completamente los recipientes antes de entregarlos para lavar.

Mezcla crómica

Mezcla de ácido sulfúrico (mayoritario) y trióxido de cromo o dicromato potásico. Se trata de un preparado tóxico, corrosivo y peligroso para el medio ambiente. Su utilización para destruir la materia orgánica, que es de gran eficacia, debe ser descartada excepto para aquellos casos en que no exista alternativa, empleándolo siempre en la mínima concentración necesaria. Debe tenerse en cuenta que el dicromato potásico está clasificado como compuesto cancerígeno, categoría 2. La clasificación de la mezcla crómica es: Producto tóxico y peligroso para el medio ambiente. Puede causar cáncer por inhalación y alteraciones genéticas hereditarias. Provoca quemaduras graves y puede causar sensibilización en la piel. Es muy tóxico para los organismos acuáticos y puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.

Es recomendable su sustitución por **permanganato potásico**, por ejemplo, que es una sustancia clasificada como nociva por ingestión y comburente (peligro de fuego con materias combustibles).

Metanol

Es un alcohol tóxico por inhalación e ingestión y fácilmente inflamable. A corto plazo produce un efecto narcótico típico de todos los alcoholes. A largo plazo, provoca problemas visuales pudiendo entrañar la ceguera total. Para el aclarado y secado del vidrio se puede reemplazar por isopropanol que es menos tóxico.

Transporte de recipientes conteniendo productos químicos

Durante el transporte de productos químicos puede tener lugar la rotura del recipiente, con la consiguiente contaminación, intoxicación y riesgo de explosión. Para el control de estos riesgos se recomienda:

- Transportar los recipientes de vidrio en contenedores especiales. Si se transportan varios productos o mucha cantidad se deben emplear carros para evitar los choques y roturas.
- No utilizar el ascensor destinado a las personas.
- No transportar los recipientes que están bajo vacío.

Bibliografía

X. GUARDINO et al.

Seguridad y condiciones de trabajo en el laboratorio
INSHT, Barcelona, 1992

J. LELEU

Prévention des risques dans le laboratoire de chimie
Cahiers de notes documentaires, nº 160, 1995