

GUÍA DOCENTE

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I

Curso 2008-2009

Departamento de Química Orgánica
Universitat de València

<u>Grupo</u>	<u>Profesor</u>
D1	Ana C. Cuñat
D2	Luís R. Domingo
E1	Pablo Gaviña
E2	Carlos del Pozo

I. Datos iniciales

Nombre de la asignatura:	Laboratorio de Química Orgánica I
Carácter:	Troncal
Titulación:	Licenciatura en Química
Curso/ciclo:	3º curso/1º ciclo
Departamento:	Química Orgánica
Profesores responsables:	Luís R. Domingo, Pablo Gaviña, Carlos del Pozo y Ana C. Cuñat

II. Introducción a la asignatura

La Química es una ciencia amplia que aborda el estudio de las características de la materia y la capacidad de transformación de ésta. La Química Orgánica es el área de la Química que estudia la estructura y la reactividad de los compuestos del carbono, generalmente conocidos como moléculas orgánicas. Entre estas moléculas se encuentran la mayor parte de los compuestos esenciales para la vida como son los lípidos, carbohidratos, proteínas o ácidos nucleicos y otros productos naturales de actividad más específica u origen más restringido. Un gran grupo de compuestos orgánicos tanto naturales como sintéticos poseen actividad farmacológica y son la base de los medicamentos. Son moléculas orgánicas los pesticidas, fertilizantes y herbicidas que han permitido el control de las plagas que afectan a la agricultura; o los materiales poliméricos que tan gran impacto tecnológico han tenido en los últimos años, por citar algunos compuestos representativos. Sin olvidar, claro está, que muchos de los compuestos mencionados son de origen sintético, la naturaleza, como hemos mencionado, sigue siendo fuente interesante de nuevos compuestos activos, concretamente en la búsqueda de soluciones para algunas de las enfermedades que son comunes hoy en día.

El conocimiento de la estructura y características físicas y químicas de los compuestos orgánicos está en continuo desarrollo. Teniendo en cuenta el elevado número de sustancias orgánicas que se describen anualmente en la literatura, la Química Orgánica se convierte en un área activa y de gran interés, estando presente en una gran diversidad de sectores industriales y de investigación. También es una disciplina respetuosa con el medio ambiente y son variadas las estrategias que se están desarrollando actualmente para minimizar el impacto de la misma sobre el medio ambiente.

La asignatura *Laboratorio de Química Orgánica I* es una asignatura troncal de primer ciclo, para ser impartida en el tercer curso de la Licenciatura en Química, que pretende que el alumno adquiera destreza en el trabajo de laboratorio, en general, y en particular, en las peculiaridades y las técnicas básicas de un laboratorio de Química Orgánica. Para la realización de este laboratorio nos basamos en los conocimientos adquiridos en las asignaturas de Química Orgánica y Ampliación de Química Orgánica, así como en la asignatura Operaciones Básicas de Laboratorio, que se imparte durante el primer curso de la Licenciatura.

III. Volumen de trabajo del estudiante

Al ser una asignatura de laboratorio pensamos que lo fundamental es el contacto del alumno con este medio. Teniendo en cuenta este hecho el reparto de trabajo se ha realizado de la manera siguiente:

Sesión Introductoria:

4 horas/curso

Preparación de las Experiencias y cuaderno de laboratorio:

6 horas x 14 experiencias = 84 horas/curso

Asistencia a tutorías:

1 hora antes de Técnicas = 1 hora/curso

1 hora antes de Síntesis = 1 hora/curso

Asistencia a seminarios:

1 hora/experiencia x 14 experiencias/curso = 14 horas /curso

Asistencia al laboratorio:

3 horas x 14 experiencias = 42 horas/curso

Análisis de resultados:

1 hora después de Técnicas = 1 hora/curso (en grupo)

1 hora después de Síntesis = 1 hora/curso (en grupo)

Estudio para la preparación de exámenes y pruebas escritas:

5 hr/prueba escrita x 2 pruebas/curso = 10 horas curso

2,5 hr/prueba escrita con Cuaderno de Laboratorio x 2 pruebas/curso = 5 horas curso

5 hr/examen práctico x 2 examen/curso = 10 horas/curso

Realización de exámenes:

2 hora/prueba escrita x 2 pruebas escritas/curso = 4 horas curso

4 horas/examen práctico x 2 examen/curso = 8 horas/curso

Volumen total de trabajo: 202.5 horas/curso

Actividad	Horas por curso
Sesión Introductoria	4
Preparación de las Experiencias y cuaderno de laboratorio	84
Asistencia a tutorías	2
Asistencia a seminarios	14
Asistencia al laboratorio	42
Análisis de resultados	2
Estudio para la preparación de exámenes y pruebas escritas	25
Realización de exámenes	12
Volumen total de trabajo:	185
Total créditos ECTS:	7.5
Nº de horas por crédito:	25

IV. Objetivos generales

Los objetivos que se pretenden conseguir en esta asignatura se pueden resumir en los siguientes puntos:

- Instruir al alumno sobre las normas de seguridad, manejo de material y reactivos y tratamiento de residuos en un laboratorio de Química Orgánica.
- Guiar al alumno en la búsqueda bibliográfica y análisis de datos.
- Iniciar al estudiante en las técnicas más habituales para el desarrollo de experiencias en Química Orgánica.
- Instruir al alumno en la preparación, desarrollo y registro del trabajo experimental en Química Orgánica (Cuaderno de laboratorio).
- Potenciar el espíritu crítico necesario en cualquier **actividad científica**.
- Realización de diferentes síntesis de productos orgánicos.
- Llevar a cabo el aislamiento de productos orgánicos desde sus fuentes naturales.
- Desarrollar la capacidad del alumno para resolver los problemas que pueden presentarse en un laboratorio de Química Orgánica.
- Desarrollar la capacidad del alumno para analizar los resultados obtenidos y extraer conclusiones.
- Potenciar las habilidades del alumno para el trabajo en equipo.
- Fomentar la expresión tanto oral como escrita.

V. Contenidos

La asignatura se estructura en dos partes claramente diferenciadas que se ajustan a los objetivos antes indicados:

Conocimiento de las distintas técnicas fundamentales en un laboratorio de Química Orgánica:

- Separación de **mezclas heterogéneas**: extracción líquido-líquido; filtración.
- Separación de **mezclas homogéneas**: aislamiento de sólidos y líquidos disueltos: destilación haciendo uso del rotavapor.
- **Cromatografía** de capa fina: análisis cualitativo.
- **Purificación y caracterización** de sólidos.
- **Purificación y caracterización** de líquidos.
- **Cromatografía de columna**.

Desarrollo de diversas experiencias de síntesis:

- Reacciones de **oxidación** de grupos hidroxílicos: Oxidación de ciclohexanol a ciclohexanona..
- Reacciones de **reducción** de grupos carbonilo: Reducción de bezofenona a difenilmetanol.
- Reacciones de **sustitución nucleofílica**: Síntesis del cloruro de *terc*-butilo.
- Reacciones de **condensación aldólica**: Síntesis de dibenzalacetona.
- Reacciones de **sustitución electrofílica aromática**: Secuencia sintética: de anilina a *p*-nitroanilina.
- **Aislamiento** de un producto de fuentes naturales: Aislamiento de la trimiristina de la nuez moscada.
- Síntesis de un **fármaco**: Síntesis de Paracetamol.

VI. Destrezas a adquirir

- Aplicar las normas de seguridad, manejo de material y reactivos y tratamiento de residuos en un laboratorio de Química Orgánica
- Búsqueda, interpretación y aplicación de la información bibliográfica.
- Saber preparar una experiencia a realizar en el laboratorio: análisis y aplicación de procedimientos experimentales.
- Saber elegir y utilizar el material adecuado.
- Aprender los métodos de separación más habituales en Química Orgánica.
- Aprender las técnicas de filtración a presión atmosférica y a vacío.
- Aprender a purificar compuestos orgánicos.
- Saber aislar compuestos que se hayan en disolución.
- Aprender a realizar cromatografías de capa fina: elección de eluyentes y análisis de resultados. Conocer la técnica de cromatografía de columna.
- Saber realizar los distintos montajes básicos.
- Aprender a registrar correctamente lo observado experimentalmente.
- Saber calcular e interpretar rendimientos: rendimiento bruto y rendimiento en producto puro.
- Saber enfrentarse a un problema práctico e intentar solucionarlo.
- Aprender a diseñar síntesis sencillas.
- Capacidad para relacionar los conocimientos adquiridos con la vida cotidiana.

VII. Habilidades sociales

- Capacidad para desenvolverse adecuadamente en un laboratorio de Química Orgánica
- Capacidad para enfrentarse a los retos que supone el trabajo experimental.
- Capacidad de tomar decisiones individualmente.
- Capacidad de trabajar en equipo.
- Capacidad de resolver problemas mediante la aplicación integrada de los conocimientos adquiridos.
- Capacidad de expresarse oralmente de una forma precisa y clara.
- Capacidad de expresarse por escrito de una forma organizada y concisa.

VIII. Temario y planificación temporal

Sesiones	Aspectos a tratar	Semana
INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE Q. ORGÁNICA	Presentación del curso	
TÉCNICAS 1	<i>Separación de mezclas I</i>	1
TÉCNICAS 2	<i>Separación de mezclas II</i> <i>Cromatografía I</i>	1
TÉCNICAS 3	<i>Purificación de compuestos orgánicos I</i>	2
TÉCNICAS 4	<i>Purificación de compuestos orgánicos II</i>	2
TÉCNICAS 5	<i>Cromatografía II</i>	3
TÉCNICAS 6	Separación y purificación de los componentes de una muestra real.	3
SÍNTESIS 1	Reacciones de oxidación de grupos hidroxílicos	5
SÍNTESIS 2.	Reacciones de reducción de grupos carbonilo	5
SÍNTESIS 3	Reacciones de sustitución nucleofílica Síntesis de un haluro de alquilo.	6
SÍNTESIS 4	Reacciones de condensación aldólica	6
SÍNTESIS 5	Reacciones de sustitución electrofílica aromática	7
SÍNTESIS 6	Reacciones de sustitución electrofílica aromática (cont)	7
SÍNTESIS 7.	Síntesis de un fármaco	8
Actividad opcional	Aislamiento de un producto natural o Propuesta de procedimiento de síntesis	8

IX. Bibliografía de referencia

A) Características de los compuestos (datos físicos, químicos etc.)

1a. Chemical Safety Cards (versión en español) del Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales). <http://www.mtas.es/Insht/riskquim/index.htm>

1b. <http://www.chemnetbase.com/> Base de datos de productos orgánicos

2. "THE INDEX MERCK" y "HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS"

Se puede incluir la información adicional de otras fuentes si se desea.

B) Introducción y Técnicas de Laboratorio: la mayoría de los libros de prácticas de Química Orgánica incluyen importantes apartados sobre estos aspectos, pero con vistas a unificar criterios tomaremos como base:

3. "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" M^o A. Martínez Grau y A. G. Csáky. Ed. Síntesis.

C). Bibliografía general: Los libros que se relacionan a continuación contienen, además de las técnicas básicas, la descripción de las prácticas a realizar u otras muy relacionadas. Los aspectos teóricos de las prácticas de síntesis pueden encontrarse en los libros de Química Orgánica General.

4. "CURSO PRACTICO DE QUÍMICA ORGÁNICA". R. Brewster, C.A. Vanderwert y W.E. McEwen. Ed. Alhambra (1965).

5. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL". H.D. Durst y G.W. Gokel, Ed. Reverté (1985).

6. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL". D.L. Pavia, G.M. Lampman y G.S. Kriz Jr. Ed. Eunibar.

7. "INTRODUCTION TO ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES". D.L. Pavia, G.M. Lampman and G.S. Kriz Jr. Ed. Sanders Company (1976).

8. "NATURAL PRODUCTS". R. Ikan, Ed. Academic Press. 2^o Edición (1991).

9. "VOGEL'S TEXTBOOK OF PRACTICAL ORGANIC CHEMISTRY". B.S. Furniss, A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, Ed. Longman (1989).

10. "LABORATORY EXPERIMENTS IN ORGANIC CHEMISTRY". J.R. Morig y D.C. Neckers, Ed. Wadsworth Publishing Company (1979).

11. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". L.M. Harwood y C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ. (1989).

12. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". D.R. Palleros. John Wiley and Sons (2000)

13. a) "Oxidation of Cyclohexanol to Cyclohexanone by Sodium Hypochlorite" N.M. Zuczek y P.S. Furth, *Journal of Chemical Education* **58**, 824, 1981.

X. Metodología

Antes de iniciar las sesiones experimentales propiamente dichas habrá una sesión introductoria donde se tratarán los siguientes temas:

A) El laboratorio de Química Orgánica:

Objetivos y limitaciones del trabajo experimental en Química Orgánica.

B) Seguridad en el Laboratorio:

Normas de seguridad y su cumplimiento:

Utilización de fuentes de calor, extintores etc. Salidas de emergencia.

Funcionamiento de Vitrinas.

Etiquetado de los reactivos.

Almacenado y destrucción de residuos.

C) Funcionamiento:

Asistencia.

Preparación de la práctica.

Normas de funcionamiento:

*Asignación de Tareas para el buen funcionamiento de un Laboratorio.

*Material a utilizar:

a) Material por taquilla: recuento, limpieza y secado.

b) Material adicional: uso y control.

c) Material común: utilización.

d) Manejo y seguridad: material roto, uso a vacío etc.

d) Cálculo de costes: uso de catálogos, nombres en inglés etc.

*Reactivos (sustratos de partida, sustrato), Disolventes y Productos (productos finales):

a) Etiquetado.

a) Características físicas, químicas, origen, usos y seguridad.

b) Manejo adecuado de sólidos y líquidos

c) Almacenado y destrucción de residuos

*Etiquetado y almacenado de muestras.

*Entrega de resultados.

D) El trabajo experimental

El desarrollo de la asignatura se estructura en torno a diferentes ejes:

a) Preparación de la experiencia a realizar y elaboración del cuaderno de laboratorio.

Una vez definido el objetivo de la experiencia a realizar con el material e información que le proporcione el profesor el alumno, éste debe preparar cada una de las experiencias siguiendo el esquema abajo indicado para la preparación del cuaderno de laboratorio así como realizar los cálculos necesarios.

Esta preparación previa es fundamental antes de acceder al laboratorio. Muy especialmente destacamos la preparación del plan de trabajo a realizar y el planteamiento de cada una de las operaciones (diagrama), que tiene como finalidad una mayor comprensión de la experiencia, siendo esencial para el trabajo posterior en el laboratorio.

El profesor puede revisar el material preparado por el alumno antes de la realización del trabajo experimental y, si no es adecuado, limitar el acceso al laboratorio hasta que la preparación este completa, ya que el objetivo es que el alumno entienda qué hace y por qué, y pueda corregir o adaptar el procedimiento en caso de error o si los resultados esperados no coinciden con lo observado.

b) Trabajo en el laboratorio.

Las experiencias están diseñadas de forma que básicamente se puedan realizar durante una sesión de laboratorio (3 h). Sin embargo, el cálculo de rendimientos de compuestos sólidos requiere un secado por lo que los pesos, cálculo de rendimientos y su caracterización deben realizarse en una sesión posterior.

Una excepción es la Técnica 1 que requiere prácticamente dos sesiones para quedar completada, pero que se compagina con la Técnica 2 que es mucho mas corta.

Con el objeto de potenciar la responsabilidad del alumno en el buen funcionamiento del laboratorio y el trabajo en equipo se asignaran semanalmente pequeñas tareas para que el alumno contribuya al buen funcionamiento del mismo.

Todas las sesiones de laboratorio requieren de un seminario previo dónde el profesor y los alumnos puedan resolver las dudas concretas del trabajo de ese día. Es labor del profesor en esta etapa fomentar en el alumno una actitud positiva en el trabajo científico.

Dependiendo del número de estudiantes por grupo las experiencias se llevaran a cabo individualmente o por parejas. En este último caso se introducirán en casi todas las prácticas algunos aspectos para llevar a cabo individualmente.

Una parte importante en el trabajo de laboratorio es el cuaderno de laboratorio. En su preparación y utilización el alumno debe tener presente que todo trabajo científico debe poder ser reproducido. Por tanto, el alumno debe aprender a anotar correctamente los resultados y conclusiones en el mismo momento que los obtiene (llevarlo al día), ya que difícilmente pueden reproducirse e interpretarse resultados si no se anota de forma precisa como se ha realizado el trabajo y que resultados se han

obtenido. El profesor revisará dicho diario para poder indicar los posibles fallos y que el alumno pueda modificarlo o completarlo.

c) Análisis de los resultados obtenidos.

El alumno debe analizar los resultados obtenidos tanto en el laboratorio como en los cálculos realizados. Al terminar la experiencia el profesor y los alumnos analizarán los resultados obtenidos, determinando los problemas y cómo se han solucionado o se podrían solucionar. Por tanto esta etapa pretende desarrollar la capacidad de análisis del alumno, potenciar el intercambio de información y el trabajo en equipo.

d) Sesiones de tutorías.

Por lo que respecta a las tutorías, los alumnos acudirán a ellas en grupos participando en sesiones de una hora. Las fechas de las tutorías se fijarán en la planificación total.

Se han planteado dos sesiones de tutorías para cada grupo de alumnos que pretenden:

- a) Una sesión antes de iniciar las sesiones de técnicas, pero después de que los alumnos hayan realizado el trabajo de preparación para aclarar las dudas que se les hayan planteado.
- b) Una sesión antes del comienzo de la segunda parte, la correspondiente a la síntesis de compuestos orgánicos.

El seminario previo a la realización de cada una de las prácticas de síntesis será dirigido por una pareja de estudiantes. Debido a ello se programa opcionalmente una sesión de tutorías para dichos estudiantes para resolver las dudas que se les pueden haber planteado en la preparación de dicho seminario.

D) Trabajo experimental:

a) Antes de entrar al laboratorio:

- 1) Introducción y Objetivos¹.
- 2) Procedimiento experimental
- 3) Notas al procedimiento experimental:
 - 3.1. *Técnicas a utilizar*
 - 3.2. *Material necesario. Secado*
 - 3.3. *Datos de reactivos, disolventes y productos¹:*

Fórmula semidesarrollada y nombre,

Características físicas aspecto, p.f.: p.eb.:
densidad, solubilidad en agua y disolventes

Características químicas

¹ **Búsqueda y manejo de información:**

1. Información teórica: libros de teoría y prácticas con información relevante
2. Información práctica, libros, manuales y libros de tablas.

Peligrosidad y Toxicidad

Almacenado o destrucción

Origen. Utilidad

3.4. *Datos de productos intermedios o secundarios* (ver 3.3)

3.5. *Relación estequiométrica* entre sustrato/s, reactivo/s y disolvente utilizado en el procedimiento experimental:

relación molar entre sustrato/s y reactivo/s

concentración en el medio de reacción

3.6. *Notas adicionales y su referencia* en el procedimiento experimental: precauciones especiales, operaciones en vitrina, partes del proceso experimental con material seco, etc.

4) Esquema de separación (diagrama de flujo con fórmulas semidesarrolladas en el que se indique la composición probable de cada fase al finalizar cada operación hasta la obtención del producto final)

b) Trabajo experimental en el laboratorio:

5) Observaciones experimentales

6) Resultados: compuesto/s obtenidos/s, nombre, fórmula semidesarrollada, cantidad obtenida, rendimiento y características del producto/s obtenidos.

7) Comentarios y conclusiones

E) El trabajo experimental en marcha:

-Cómo aprovechar eficientemente el tiempo.

-¿Cuándo se puede parar?

-¿Dónde está el producto?

- Seguridad: ¿Qué hacer si?

XI. Evaluación del aprendizaje

La evaluación del aprendizaje se llevará a cabo **de una forma continua por parte del profesor** dado el estrecho contacto que se mantendrá a lo largo del curso. Se tendrá en cuenta los siguientes apartados:

a) TRABAJO DE LABORATORIO Y RESULTADOS: (40%). Se tendrá en cuenta la observación de las normas de seguridad, la actitud, la preparación previa, el trabajo en el laboratorio y los resultados obtenidos así como su análisis. Para ello hay que tener en cuenta las siguientes normas generales:

El alumno deberá **conocer y respetar las normas generales y de seguridad** indicadas en el cuadernillo para el trabajo en el laboratorio, y deberá ir provisto **obligatoriamente** de: *Bata, Gafas de seguridad, Guantes de goma, Espátula o cucharilla, Lápiz y Calculadora.*

La duración de cada sesión experimental será de 3 horas y las sesiones no se recuperan, por lo que las faltas de asistencia y puntualidad deberán ser debidamente

justificadas. **La falta de asistencia a más de tres sesiones de prácticas supondrá la pérdida de la calificación correspondiente al Trabajo de Laboratorio y Resultados.**

Es condición indispensable para comenzar una sesión que el alumno esté en posesión del cuaderno de laboratorio debidamente cumplimentado. La preparación del cuaderno de laboratorio se llevará a cabo según las instrucciones incluidas en el apartado correspondiente. Los cuadernos podrán ser revisados por los profesores antes de empezar la sesión de prácticas.

Antes de cada sesión se realizará un seminario que consistirá en una exposición sobre la práctica a realizar bien por el profesor o por los alumnos.

Tanto al comienzo de la sesión de prácticas como al finalizar se deberán llevar a cabo las tareas generales asignadas para el buen funcionamiento del laboratorio y se efectuará un **recuento del material por puesto de trabajo**, dejando el material en exceso en el lugar indicado a tal fin. En caso de faltar material se comprobará en primer lugar si éste está entre el material sobrante y en caso contrario se solicitará por escrito al profesor/a.

b) EXÁMENES ESCRITOS: sobre cuestiones relacionadas con las prácticas:

- 1) Al finalizar las Técnicas: Cuestiones I (15%)
- 2) Al finalizar el Programa: Cuestiones II (15%)

c) EXAMENES PRÁCTICOS: realización de un trabajo experimental:

- 1) Al finalizar las Técnicas: Laboratorio I (15%)
- 2) Al finalizar el Programa: Laboratorio II (15%)

Las pruebas escritas consistirán en cuestiones de tipo práctico relacionadas con las experiencias que se hayan visto hasta ese momento. Se realizarán preguntas que obliguen al estudiante a relacionar distintos aspectos del desarrollo de las experiencias. Algunas de las cuestiones podrían resolverse con el cuadernillo lo que permitirá evaluar lo que han trabajado los estudiantes en su realización y determinar si meramente lo han copiado sin entender o profundizar en su contenido. También pretende establecer la relación con los conocimientos previos disponibles de la asignatura de Química Orgánica y Ampliación de Química Orgánica.