

GRADO EN FARMACIA

**LABORATORIO DE
QUÍMICA ORGÁNICA**

PARA REALIZAR LAS PRÁCTICAS, EL ESTUDIANTE DEBE DE IR PROVISTO DE:

- CUADERNO DE PRÁCTICAS
- CUADERNO DE LABORATORIO
- GAFAS DE SEGURIDAD
- BATA DE LABORATORIO
- GUANTES DE GOMA o LÁTEX

OBJETIVOS GENERALES:

Competencias que se deben de adquirir con la realización de las prácticas:

- 1.- **Conocimiento y aplicación de las técnicas básicas** de obtención, aislamiento y caracterización de los compuestos orgánicos
- 2.- **Conocimiento de los riesgos** asociados al uso de compuestos orgánicos y de las técnicas empleadas en su manipulación, obtención, aislamiento, purificación y análisis.
- 3.- Capacidad para buscar y encontrar conocimientos relacionados con el área, siempre aplicando la **capacidad crítica y autocrítica**.
- 4.- **Capacidad** para **interpretar, valorar y comunicar datos** relevantes haciendo uso del lenguaje propio de la química orgánica.
- 5.- **Capacidad** para **tomar nota de las observaciones** relevantes y planificar el aislamiento y purificación de una sustancia mediante la **elaboración de un diagrama** adecuado a partir de un procedimiento experimental.

Para alcanzar estos objetivos, los estudiantes realizarán **cinco sesiones de cuatro horas** de duración que está previsto que vayan acompañadas de **ocho horas de trabajo no presencial**.

EVALUACIÓN:

La calificación obtenida en las prácticas de laboratorio supondrá el **15% de la calificación global de la asignatura**. Para aprobar la asignatura es necesaria la **asistencia a las cinco sesiones**.

Para conocer los componentes de la calificación, ver **Guía Docente** de la asignatura Química Orgánica.

NORMAS DE SEGURIDAD

Cuando un/una estudiante entre por primera vez en el laboratorio debe de localizar: **salida de emergencia, ducha, lavaojos, extintores y manta ignífuga.**

Las siguientes **normas** son de **obligado cumplimiento**:

- 1) **No** se debe de **fumar o consumir alimentos o bebidas** en el laboratorio.
- 2) La **bata** y las **gafas de seguridad deberán de usarse en todo momento** durante la estancia en el laboratorio. **No se permitirá el acceso al laboratorio de quienes no dispongan o no hagan uso de los objetos descritos.** Los **guantes** deberán usarse siempre **durante la manipulación** de los productos.
- 3) Deben de utilizarse embudos de vidrio para el trasvase de líquidos. Si han de usarse pipetas, utilícense las peras de goma apropiadas. **No se debe de pipetear líquidos succionando con la boca; ni oler, inhalar o probar** compuesto alguno.
- 4) **Los frascos de reactivos y disolventes deben de cerrarse inmediatamente después de su uso.** Evítese la inhalación de vapores tanto de sólidos como de líquidos. Si algún producto desprende vapores tóxicos, deberá manejarse en vitrina.
- 5) **No se deben de manipular productos o disolventes inflamables en la proximidad de mantas y placas calefactoras. Si algún líquido o sólido se derrama en cualquier lugar del laboratorio, se deberá de limpiar inmediatamente de la forma adecuada.** En caso de rotura de termómetros, avisad inmediatamente al profesor, para eliminar el mercurio.
- 6) **Los disolventes orgánicos no deben de calentarse directamente sino por medio de baños de agua alejados de la fuente de calor y siempre en matraces Erlenmeyers o tubos de ensayo, nunca en vasos de precipitados.**
- 7) **No deben de arrojarse residuos en las pilas ni tirar a las papeleras el vidrio roto,** existen contenedores para cada tipo de residuo.
- 8) Dado que se usa material eléctrico (mantas, reguladores, etc.) es necesario **mantener limpio y seco el puesto de trabajo y el material asignado.** La manipulación de cualquier elemento de dicho material deberá hacerse con el aparato en cuestión a temperatura ambiente y desconectado de la red.
- 9) **No tener en marcha mantas o placas calefactoras en vacío,** es decir, sin un recipiente (vaso, matraz, etc.) al que calentar.
- 10) **No se debe de abandonar el puesto de trabajo mientras se esté llevando a cabo alguna reacción o destilación,** a menos que lo autorice el profesor o la profesora.

Y una **recomendación**: Las lentes de contacto pueden resultar muy peligrosas en caso de salpicaduras accidentales a los ojos. Por ello, se recomienda el uso de gafas graduadas o de gafas de seguridad especiales.

EL **INCUMPLIMIENTO** DE CUALQUIERA DE ESTAS NORMAS PODRÁ SUPONER, DESDE UNA **AMONESTACIÓN** HASTA LA **EXPULSIÓN**

TELÉFONO DE URGENCIAS: 112

SEGURO ESCOLAR (SERVICIO **PREVENCIÓN RIESGOS LABORALES**)
INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA (SERVICIO PERMANENTE)

(96) 398 33 01

(91) 562 04 20

PREPARACIÓN DE LA PRÁCTICA Y NOTAS DE LABORATORIO

Una parte importante de la experiencia de laboratorio consiste en aprender a **tomar notas detalladas** de todos los experimentos que lleves a cabo en él. A menudo, las notas mal tomadas causan errores, frustración y pérdida de tiempo.

El cuaderno de laboratorio

El cuaderno de laboratorio es el instrumento en el que se debe incluir toda la información relevante.

No se deben de utilizar **nunca páginas sueltas** como cuaderno de laboratorio, sino un cuaderno en el que las páginas estén unidas, con la finalidad de que éstas no se puedan extraviar.

El profesor puede revisar el cuaderno en cualquier momento, por lo que hay que **llevarlo al día**.

No se debe de **pasar a limpio** un cuaderno de laboratorio.

En general, los **aspectos** principales que deben de anotarse en el cuaderno de laboratorio serían los siguientes:

1) Descripción general de la práctica

- a) **Técnicas** de laboratorio que se utilizan en la práctica.
- b) **Material** necesario.
- c) **Características físicas** (p.f., p.e., densidad, solubilidad en agua y en disolventes orgánicos) y **toxicidad de reactivos y productos**.
- d) **Cantidades de reactivos** (P.M., gr., moles y proporción entre ellos).
- e) **Tipo de reacción** que tiene lugar. **Mecanismo. Posibles productos secundarios**.
- f) **Precauciones especiales**.

2) Esquema para la extracción del producto de la mezcla de reacción

Diagrama de flujo, indicando la composición probable de cada fase del proceso (ver un ejemplo más adelante)

3) Observaciones experimentales

4) Resultados (fórmula del producto obtenido, cantidad, punto de fusión o de ebullición, rendimiento,.....).

5) Comentarios a los resultados experimentales

El punto 1 debe de haberse preparado **previamente** a la realización de la práctica.

Notas a tomar en el laboratorio

Cuando se comienza la práctica, el cuaderno de laboratorio debe de estar siempre a mano para poder consultar las notas tomadas en la preparación por adelantado de la práctica.

En el laboratorio, el cuaderno sirve para anotar resultados, como pesos obtenidos, volúmenes, determinaciones de constantes físicas, cálculos, etc. (es obvio que esto no se puede preparar por adelantado). Pero **no** se trata de **transcribir el procedimiento** descrito en el cuaderno de prácticas (la receta para la realización), sino el de apuntar **lo que se ha hecho** y **lo que se ha observado**.

Las **anotaciones** deben de ser lo suficientemente **claras y detalladas** como para que puedan ayudar a repetir el experimento a una persona diferente a la que ha tomado las notas.

Cuando el **producto** se ha purificado finalmente, hay que incluir los **datos** pertinentes, como punto de fusión/ebullición, color, peso y rendimiento.

Cálculo de rendimientos

La expresión cuantitativa de la **eficiencia** de un determinado procedimiento experimental viene dada por el cálculo del **rendimiento**.

Hay que distinguir entre **dos situaciones** diferentes:

1) En ocasiones, un procedimiento experimental tiene por objeto la **extracción de un compuesto de una mezcla** para su posterior purificación e identificación. En este caso, el **rendimiento** se calcula mediante el **cociente entre la cantidad de producto obtenido y la cantidad de muestra de partida**, (expresadas en unidades de peso, generalmente), y **multiplicado por 100**.

2) En el caso de que el procedimiento experimental tenga por objeto la **transformación de unos compuestos de partida en otros productos finales** diferentes a través de una **reacción química**, hay que determinar el rendimiento de la reacción teniendo en cuenta la **estequiometría** del proceso y la **diferencia de peso molecular** entre los compuestos implicados.

La **estequiometría ideal** viene determinada por la **ecuación que describe la reacción** que tiene lugar.

De hecho, la estequiometría ideal se observa en la práctica en pocas ocasiones. Ello es debido a que aparecen reacciones secundarias para dar otros productos; o porque se alcanza un estado de equilibrio en el que hay una parte significativa de producto de

partida, que se puede recuperar. También puede haber algún reactivo en exceso desde el principio, o la reacción puede ser incompleta. Todos estos factores contribuyen a que las proporciones en que se utilizan los reactivos y se obtienen los productos no coincidan casi nunca con las descritas en la ecuación ideal.

El **rendimiento teórico** de una reacción es el número de moles de producto que se esperarían obtener de una reacción teniendo en cuenta la estequiometría ideal, ignorando reacciones secundarias, reversibilidad, pérdidas, etc. El rendimiento teórico se calcula según la expresión:

$$\text{Rendimiento teórico} = (\text{moles de reactivo limitante}) \times (\text{proporción estequiométrica de reactivos}).$$

La **proporción estequiométrica** es el **cociente entre el número de moles del producto y el número de moles del reactivo limitante en la ecuación estequiométrica ideal**. En la mayoría de los casos será igual a uno, pero hay que prestar atención por si no es así.

El **rendimiento** es simplemente el número de moles de producto obtenido dividido por el rendimiento teórico, y se expresa habitualmente en forma de tanto por cien:

$$\text{Rendimiento} = 100 \times (\text{Moles de producto obtenido}) / (\text{Rendimiento teórico})$$

Dada la naturaleza del cálculo del rendimiento, en general no tiene sentido especificar más de **dos cifras significativas**. Por ejemplo, no se debe de dar un rendimiento de 67,1428%, sino como 67%.

BIBLIOGRAFÍA

SEGURIDAD Y NORMAS DE LABORATORIO:

Medidas de Seguridad y Higiene en los laboratorios de la Universitat de València.

Servei de Prevenció de Riscs Laborals.

CARACTERÍSTICAS DE LOS COMPUESTOS (datos físicos, químicos etc.) se deben consultar los dos libros siguientes incluyendo información adicional de páginas web, que se indican.

1. HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS.

2. THE INDEX MERCK.

3. www.sigma-aldrich.com

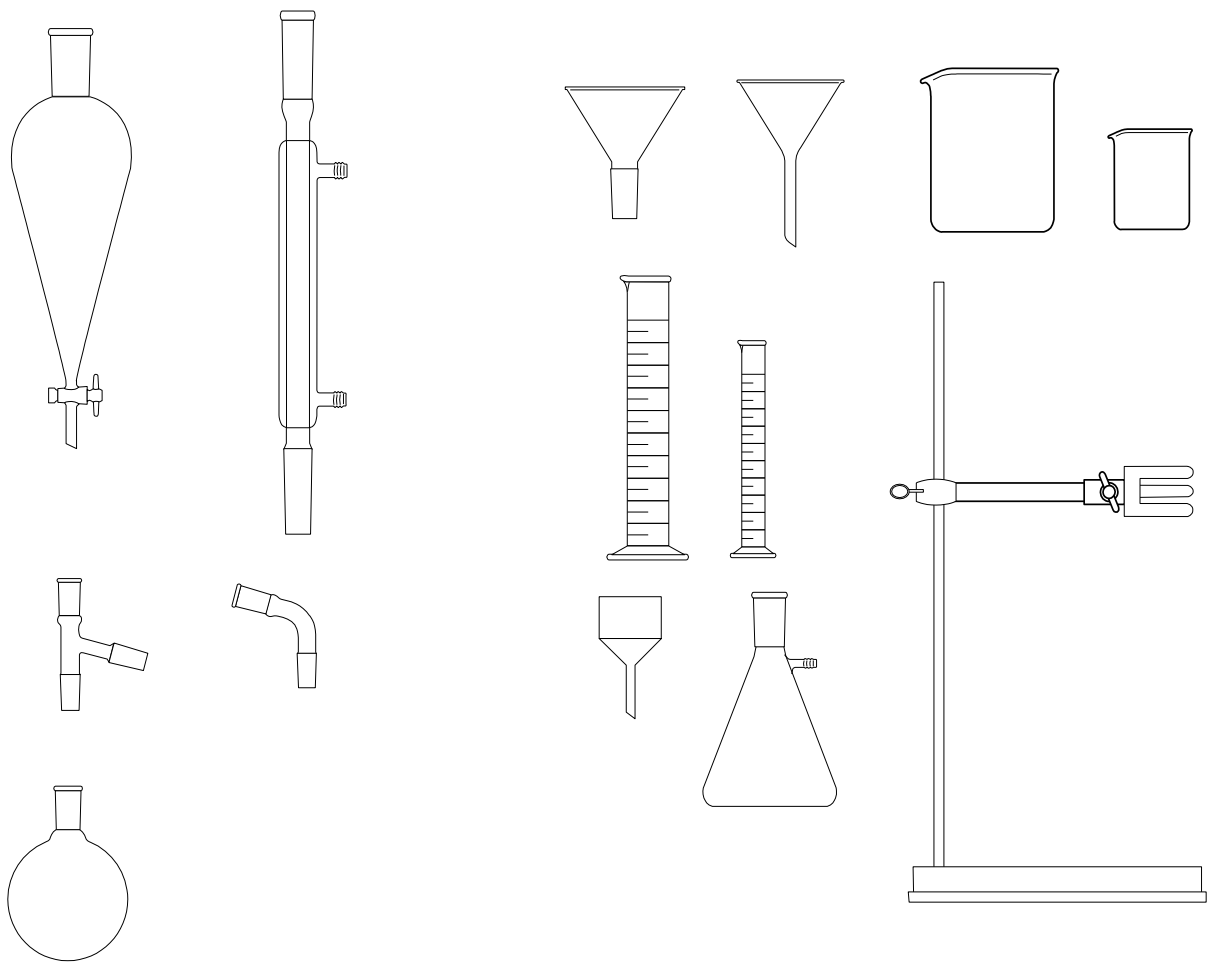
4. Instituto Nacional de Seguridad e higiene en el trabajo. Fichas internacionales. Seguridad Química

TÉCNICAS EXPERIMENTALES:

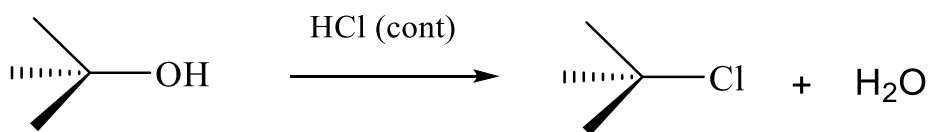
5. **TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA.** M^a A. Martínez Grau y A. G. Csáký. Ed. Síntesis (2001)
6. **QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL.** D.L. Pavia, G.M. Lampman y G.S. Kriz Jr., Ed. Eunibar (1978).
7. **VOGEL's TEXTBOOK OF PRACTICAL ORGANIC CHEMISTRY.** B.S. Furniss, A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, Ed. Longman (1989).
8. **CURSO PRÁCTICO DE QUÍMICA ORGÁNICA".** R. Brewster, C.A. Vanderwert y W.E. McEwen. Ed. Alhambra (1965).

MATERIAL

Estos dibujos corresponden a las piezas que encontrarás en el puesto de trabajo y utilizarás en las prácticas. El profesor/la profesora irá nombrándolas para que anotes su nombre y utilidad.



SÍNTESIS DE CLORURO DE *terc*-BUTILO



Objetivos:

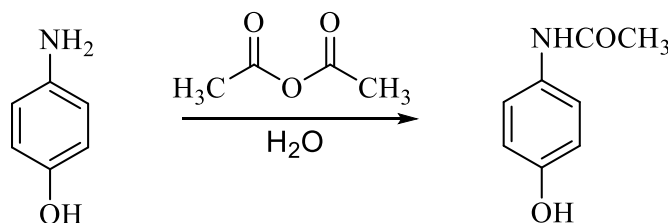
- Llevar a cabo la **síntesis** de un **compuesto líquido**.
- Utilizar los **conceptos ácido-base** para la **extracción** de un producto durante el proceso de la **elaboración de la mezcla producto** (work-up).
- Aprender a utilizar la **destilación** como método de **purificación** de un compuesto líquido. Determinación del **punto de ebullición**.

Procedimiento experimental:

En un matraz Erlenmeyer, o un matraz de fondo redondo provisto de un imán, se introducen 18 mL de alcohol *terc*-butílico y 60 mL de HCl concentrado. Sin tapar, se agita la mezcla suavemente (1 min aprox.); posteriormente se agita vigorosamente otros 5 min. La mezcla se pasa a un embudo de decantación, se deja en reposo y la capa acuosa se saca del embudo y se desprecia.

La fase orgánica se lava con unos 25 mL de disolución saturada de NaHCO₃, primero agitando el embudo abierto con un ligero movimiento circular hasta que cese el fuerte desprendimiento gaseoso (*ver técnica de extracción*). Se desprecia la capa acuosa de bicarbonato, se lava la fase orgánica con unos 20 mL de agua y, tras decantar la capa acuosa, se seca la fase orgánica sobre MgSO₄ anhidro (*ver técnica de secado*). El líquido se transfiere a un matraz de fondo redondo y se purifica por **destilación** (*ver técnica*) (como el líquido es muy volátil, se puede enfriar el matraz de recogida con un baño de agua-hielo). Se calcula el **rendimiento**.

SÍNTESIS DE PARACETAMOL



Objetivos:

- Obtener un **compuesto sólido** de interés farmacológico.
- Aplicar el concepto de **quimioselectividad**, ya que se trata de obtener el producto de monoacetilación en el átomo de nitrógeno y no en el de oxígeno.
- Utilizar la técnica de **filtración a vacío**.
- Practicar la técnica de la **crystalización** como método de **purificación** de un compuesto sólido.
- Utilizar las técnicas de **punto de fusión** y de **cromatografía** en capa fina como criterios de pureza de un compuesto y como ayuda para su identificación.

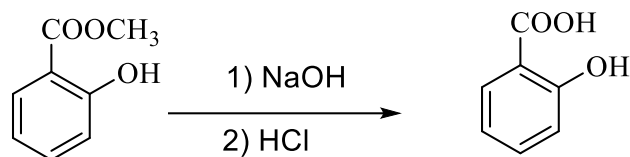
Procedimiento experimental:

En un Erlenmeyer de 50 mL, se introducen 9 mL de agua y se añaden 2 g de p-aminofenol. A la suspensión formada se añade, lentamente, 2.3 mL de anhídrido acético. La mezcla de reacción se agita y se calienta en un baño de agua, durante 15 min controlando que la temperatura del baño no sea superior a 80 °C. Se deja enfriar y se separa el sólido formado por **filtración a vacío** (*ver técnica*), lavándolo varias veces con agua (reservar 10 mg, aproximadamente, para el análisis cromatográfico). El sólido obtenido se **crystaliza**

con agua (*ver técnica*). Una vez secos los cristales, se pesan para calcular el **rendimiento** y se determina el **punto de fusión** (*ver técnica*).

Para el análisis por **cromatografía en capa fina** (*ver técnica*) se disuelven en cuatro viales, respectivamente, 10 mg, aproximadamente, de cada uno de los siguientes compuestos: p-aminofenol, sólido obtenido en la práctica, paracetamol purificado y paracetamol patrón. Se prepara la capa fina siguiendo el procedimiento descrito en el apartado correspondiente de las técnicas. Eluyente: mezcla de hexano y acetato de etilo (1:3). (Alternativamente, el profesor/la profesora puede sugerir otros eluyentes para comparar). La placa se observa a la luz UV (revelado de la placa) una vez que se han evaporado los disolventes.

HIDRÓLISIS DE SALICILATO DE METILO



Objetivos:

- Llevar a cabo la síntesis de un **compuesto sólido** empleando la técnica de **reflujo**.
- Aplicar los conceptos **ácido-base** para la precipitación del producto.
- Practicar la **crystalización** como método de purificación de un compuesto sólido.
- Determinar el **punto de fusión** como característica para la **caracterización** de un sólido.

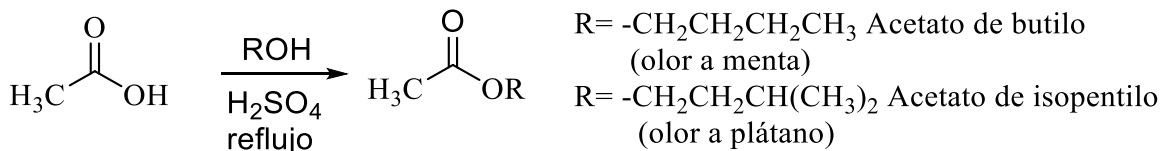
Procedimiento experimental:

En un Erlenmeyer de 50 mL se disuelven 2 g de NaOH en 20 mL de agua y la disolución se deja enfriar. Una vez fría, se pasa a un matraz de fondo redondo de 10 mL y se añaden 2 g de salicilato de metilo, formándose una pasta de color blanco. Se añade un imán y se calienta con agitación a **reflujo** ($100\text{ }^\circ\text{C}$) durante 20 minutos (*ver técnica*). Posteriormente, se enfría la mezcla a temperatura ambiente.

La mezcla fría se vierte en un vaso de precipitados y se acidifica con HCl concentrado hasta la precipitación máxima, enfriando el vaso de precipitados en un baño de hielo-agua. El sólido blanco formado se separa por **filtración a vacío** (*ver técnica*), y se lava varias veces con agua.

El ácido salicílico obtenido se **crystaliza** de agua (*ver técnica*). Los cristales se secan en una estufa, se pesan para calcular el **rendimiento** y se determina el punto de fusión.

SÍNTESIS DE ÉSTERES



Objetivos:

- Llevar a cabo la síntesis de un **compuesto líquido** empleando la técnica de **reflujo**.
- Aplicar la técnica de **extracción** como método de aislamiento de un compuesto líquido en el curso de la **elaboración de la mezcla producto** (work-up).
- Utilizar la **destilación** como método de purificación de un compuesto líquido.
- Determinar el **punto de ebullición** para la caracterización del compuesto líquido.

Procedimiento experimental:

En un matraz de fondo redondo provisto de un imán, se introducen 0.069 moles del alcohol y 10 mL (10.5 g, 0.175 mol) de ácido acético glacial. A la mezcla, se añade lenta y cuidadosamente, 2 mL de ácido sulfúrico concentrado. Se conecta al matraz un refrigerante de **reflujo** (*ver técnica*), y se calienta con agitación hasta reflujo continuo durante una hora.

Pasado este tiempo, la mezcla se enfría y se vierte sobre 70 mL de agua. A continuación, se transfiere a un embudo de decantación y se separa la fase acuosa de la fase del éster (fase superior) (*ver técnica de extracción*). A continuación, la fase orgánica se lava, sucesivamente, con una disolución de bicarbonato acuoso al 5% (25 mL), con salmuera (disolución acuosa saturada de cloruro sódico) y con agua. Finalmente, la fase orgánica se decanta en un Erlenmeyer de 50mL y se seca con sulfato sódico anhidro (*ver técnica de secado*). La disolución transparente se **filtra por gravedad** (*ver técnica*) a un matraz de fondo redondo y se **destila** (*ver técnica*) (NOTA). El destilado se pesa para calcular el **rendimiento**.

NOTA:

Puntos de ebullición (°C): acetato de n-butilo, 124-125; acetato de isopentilo, 140-142 (en este caso, podrían aparecer azeotropos con el agua, cuyo punto de ebullición no corresponde al producto deseado, por lo que es necesario secarlo muy bien antes de la destilación).