

60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

Información del Plan Docente

Año académico	2016/17
Centro académico	100 - Facultad de Ciencias
Titulación	543 - Máster Universitario en Química Molecular y Catálisis Homogénea
Créditos	2.0
Curso	1
Periodo de impartición	Primer Semestre
Clase de asignatura	Optativa
Módulo	---

1. Información Básica

1.1. Recomendaciones para cursar esta asignatura

Metodologías Fundamentales de Síntesis es una asignatura enfocada a alumnos con distintos niveles de experiencia en el trabajo dentro de un laboratorio químico de síntesis química y catálisis. En general se recomienda la matriculación a todos los alumnos que deseen mejorar sus habilidades en el ámbito del laboratorio de investigación química.

1.2. Actividades y fechas clave de la asignatura

La asignatura se desarrollará a lo largo del primer semestre del curso académico. Las sesiones prácticas se llevarán a cabo en los laboratorios de docencia de la Facultad de Ciencias. El trabajo práctico de laboratorio se llevará a cabo preferentemente durante el periodo comprendido entre los meses de octubre y diciembre.

Toda la información sobre horarios, calendario y exámenes se publica en la web de la Facultad de Ciencias: <https://ciencias.unizar.es/calendario-y-horarios> , y en la web del Máster: <http://masterqmch.unizar.es> .

2. Inicio

2.1. Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

Demostrar destreza en la utilización del material, el equipamiento básico y las técnicas de trabajo habituales en un laboratorio de investigación en síntesis química.

Conocer las Normas de Seguridad e Higiene de un laboratorio de investigación en síntesis química.

Demostrar capacidad de observación y de toma de decisiones.

Aplicar estrategias de síntesis orgánica e inorgánica en la preparación de compuestos químicos.

Relacionar conceptos teóricos adquiridos en su formación con los hechos experimentales observados.

60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

Elaborar informes con rigor científico, demostrando capacidad de interpretación y análisis de los resultados.

2.2.Introducción

Metodologías Fundamentales de Síntesis es una **asignatura de tipo experimental** que tiene como objetivo facultar al alumno para la preparación y caracterización de estructuras moleculares mediante el desarrollo de destrezas de trabajo práctico en el laboratorio de investigación química, dentro del contexto del Máster Universitario de Química Molecular y Catálisis Homogénea.

Para lograr este objetivo se propone la síntesis de diversos compuestos orgánicos e inorgánicos que requieren el uso de metodologías sintéticas y técnicas de trabajo habituales en laboratorios de investigación. Las sesiones experimentales se complementarán con la elaboración de un informe que recoja los procedimientos sintéticos realizados y la caracterización de los productos obtenidos.

Así pues, la asignatura se constituye como un complemento muy importante para la formación teórica adquirida en otras asignaturas del Máster y para el desarrollo del Trabajo Fin de Máster.

3.Contexto y competencias

3.1.Objetivos

La asignatura pretende ofrecer al alumno la posibilidad de ampliar sus destrezas experimentales en síntesis química, independientemente de su experiencia previa. El alumno llevará a cabo procedimientos sintéticos utilizando las técnicas y metodologías propias de laboratorios de investigación. Como resultado de ello mejorará su capacidad de análisis crítico, tanto de procedimientos como de datos, y su capacidad para presentar resultados. Todo ello redundará en un importante beneficio de cara a su incorporación en laboratorios de investigación química, ya sea dentro de un ámbito investigador o para su ingreso en el mundo laboral.

3.2.Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

Metodologías Fundamentales de Síntesis es una asignatura de 2 ECTS de carácter optativo y que se desarrolla en el primer cuatrimestre, que se engloba en el módulo denominado *Caracterización Estructural*. Se trata de una asignatura de carácter eminentemente práctico orientada a que el alumno amplíe sus destrezas experimentales en síntesis química. Esta formación le facultará para el trabajo avanzado en laboratorio de investigación química en general, y también para el desarrollo de las prácticas de las asignaturas del módulo fundamental del Máster y del Trabajo Fin de Máster.

3.3.Competencias

Aplicar protocolos, procedimientos y técnicas experimentales avanzadas de síntesis.

Obtener información y evaluar el grado de riesgo, la toxicidad y las implicaciones medioambientales de los productos químicos para manejarlos de forma segura y responsable.

Ampliar y utilizar el vocabulario y la terminología específica en el marco de la Química Orgánica, Inorgánica, Organometálica y Catálisis.

Diseñar, planificar y llevar a cabo procesos de síntesis de nuevas moléculas orgánicas, inorgánicas u organometálicas, de interés científico, industrial y tecnológico.

60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

Seleccionar y utilizar de manera autónoma distintas técnicas instrumentales y de determinación estructural, incluyendo el manejo de grandes equipos y la interpretación y validación de los resultados que se obtienen.

Investigar, comprender e interpretar los mecanismos de reacciones estequiométricas y catalíticas.

Asimilar y evaluar resultados de investigación en Química Molecular y Catálisis de forma objetiva, así como interpretarlos de forma crítica y relacionarlos con conocimientos teóricos.

3.4.Importancia de los resultados de aprendizaje

El conjunto de conocimientos y destrezas adquiridos en la asignatura proporcionarán al alumno herramientas y recursos de trabajo que le facilitarán el desarrollo de su trabajo en el laboratorio químico (ámbito investigador), ya sea para la realización de una tesis doctoral (ámbito académico) o para su incorporación a una industria química (ámbito laboral). Dichos conocimientos y destrezas serán también de gran utilidad para la realización de Trabajo Fin de Máster.

4.Evaluación

La **evaluación continua** de esta asignatura está basada en los siguientes criterios con la ponderación que se indica:

- 1.- Evaluación de la habilidad experimental (calidad del trabajo realizado y de los resultados obtenidos), 40%.
- 2.- Cuaderno de laboratorio, 10%.
- 3.- Informe de laboratorio, 50%.

El alumno que no haya superado esta modalidad de evaluación o desee mejorar su calificación podrá presentarse a una prueba global de tipo teórico-práctico en la que tendrá que demostrar que ha alcanzado los resultados de aprendizaje previstos en la asignatura. Esta prueba se realizará tanto en la convocatoria de junio como en la de septiembre, y será anunciada con la debida antelación.

El número de convocatorias oficiales de examen a las que la matrícula da derecho (2 por matrícula) así como el consumo de dichas convocatorias se ajustará a la Normativa de Permanencia en Estudios de Máster y [Reglamento de Normas de Evaluación del Aprendizaje](#) . A este último reglamento, también se ajustarán los criterios generales de diseño de las pruebas y sistema de calificación, y de acuerdo a la misma se hará público el horario, lugar y fecha en que se celebrará la revisión al publicar las calificaciones.

5.Actividades y recursos

5.1.Presentación metodológica general

1.- Sesiones de trabajo en el laboratorio: se propondrá la síntesis de diversos productos orgánicos e inorgánicos que requieran el uso de las metodologías sintéticas habituales de laboratorios de investigación: trabajo en atmósfera inerte, caja seca, línea de vacío, disolventes anhidros, trabajo con técnicas de Schlenk y técnicas de aislamiento y purificación. Se llevarán a cabo reacciones en las que sea necesario realizar seguimiento y purificación por cromatografía, así como la caracterización por espectroscopia de infrarrojo y Resonancia Magnética Nuclear.

2.- Elaboración de un informe: los trabajos experimentales se completarán con la redacción de un informe que recoja los

60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

procedimientos sintéticos realizados, la caracterización de los productos preparados y la interpretación de los datos obtenidos.

5.2. Actividades de aprendizaje

Sesiones prácticas de laboratorio (2 ECTS).

Tutorías en grupo reducido o personalizadas.

Debido al carácter experimental de la asignatura las sesiones de trabajo podrán ampliarse hasta 30 horas en el caso de que se considere necesario.

5.3. Programa

Metodologías fundamentales de síntesis es una asignatura experimental que comprende 9 sesiones de laboratorio de 3 horas cada una. Las actividades programadas son las que se detallan a continuación:

1.- Síntesis de una 4-ariliden oxazolona.

Se llevará a cabo la preparación del derivado de oxazolona, su purificación y su caracterización mediante punto de fusión y espectroscopias de IR y RMN.

2.- Valoración de un organomagnesiano.

Se utilizará la fenilhidrazona del aldehído salicílico como reactivo para valorar una disolución de bromuro de fenilmagnesio en THF. Este procedimiento requiere el uso de atmósfera inerte.

3.- Preparación del N-Boc difenilprolinol.

La disolución de bromuro de fenilmagnesio anteriormente titulada se usará en la síntesis del N-Boc difenilprolinol. La reacción se llevará a cabo bajo atmósfera inerte y el producto resultante se aislará mediante cromatografía en columna. La caracterización del producto aislado se realizará mediante polarimetría y espectroscopia de RMN.

4.- Síntesis de complejos de Níquel.

Se sintetizarán dos compuestos organometálicos de Níquel trabajando bajo atmósfera inerte y en ausencia de agua. Inicialmente se preparará el derivado $\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ (níqueloceno), un compuesto de tipo sándwich de 20 electrones de valencia. Se medirá su momento magnético. Posteriormente se utilizará para obtener un complejo semisándwich de Níquel por reacción con una sal de imidazolio. Se preparará una muestra de RMN del complejo para comprobar su pureza.

5.- Síntesis de complejos de Molibdeno.

Se llevará a cabo la síntesis de dos precursores comunes de Molibdeno de distintas características, trabajando bajo atmósfera inerte y en ausencia de agua. En primer lugar se preparará el derivado de $\text{MoH}(\text{C}_5\text{H}_5)(\text{CO})_3$, una especie

60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

de tipo monohidruro de 18 electrones de valencia, que se caracterizará por RMN. Posteriormente se aislará el complejo $\text{Mo}(\text{C}_5\text{H}_5)_2\text{Cl}_4$, una especie paramagnética de 15 electrones de valencia altamente inestable que será caracterizada por RPE.

5.4. Planificación y calendario

El trabajo práctico de laboratorio se llevará a cabo preferentemente durante el periodo comprendido entre los meses de octubre y diciembre. Tanto las sesiones de trabajo como las pruebas de evaluación se comunicarán con suficiente antelación. Los horarios de la asignatura y fechas de exámenes se publican en la página web de la Facultad de Ciencias: <https://ciencias.unizar.es>.

En reprografía y/o a través del Anillo Digital Docente se proporcionará al alumno diverso material docente preparado por los profesores de la asignatura (<https://moodle2.unizar.es/add>).

5.5. Bibliografía y recursos recomendados

- Csák, Aurelio G.. Técnicas experimentales en síntesis orgánica / Aurelio G. Csák, M^a Angeles Martínez Grau . 2^a ed. corr. y amp. Madrid : Síntesis, 2012
- Arnáiz García, Francisco Javier. Síntesis de compuestos inorgánicos y organometálicos : una guía para el laboratorio / Francisco J. Arnáiz [Burgos] : El autor, 2011
- Synthesis of organometallic compounds : a practical guide / edited by Sanshiro Komiyama Chichester [etc.] : John Wiley & Sons, cop. 1997
- Rodríguez Yunta, María Josefa. Curso experimental en química orgánica / M^a Josefa Rodríguez Yunta, Fernando Gómez Contreras Madrid : Síntesis, D.L. 2008
- Elschenbroich, Christoph. Organometallics / Christoph Elschenbroich ; translated by Jose Oliveira and Christoph Elschenbroich . - 3rd completely rev. and extended ed. Weinheim [etc.] : Wiley-VCH, cop. 2006
- Crabtree, Robert H.. The organometallic chemistry of the transition metals / Robert H. Crabtree . - 4th ed. Hoboken, N.J. : Wiley-Interscience, cop. 2005
- Hartwig, John F.. Organotransition metal chemistry : from bonding to catalysis / John F. Hartwig Sausalito, Ca. : University Science Books, 2010
- Armarego, W. L. F.. Purification of laboratory chemicals / W. L. F. Armarego and D. D Perrin . - 5th ed. Amsterdam [etc.] : Butterworth-Heinemann, 2003
- Armarego, W. L. F.. Purification of laboratory chemicals [recurso electrónico] / Wilfred L.F. Armarego, Christina Li Lin Chai . - 6th ed. 6th ed.
- Manual de acogida en materia de prevención de riesgos. Normas de seguridad en los laboratorios de Química. Elena Atrián Blasco, Vanesa Fernández Moreira. Instituto de Síntesis Química y Catálisis Homogénea, 2013 (<http://bit.ly/1slsxSI>).