

TEXTOS DOCENTS

90

EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA ORGÀNICA

Manual de pràctiques

David Andreu
Joan-Anton Farrera
Ernesto Nicolás
Dolors Velasco

Departament de Química Orgànica



UNIVERSITAT DE BARCELONA



TEXTOS DOCENTS

90

EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA ORGÀNICA

Manual de pràctiques

David Andreu
Joan-Anton Farrera
Ernesto Nicolás
Dolors Velasco

Departament de Química Orgànica

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA

U

B

Experimentació en química orgànica : manual de pràctiques. – (Textos docents ; 90)

Referències bibliogràfiques

A la portada: Departament de Química Orgànica

ISBN 84-475-2911-8

I. Andreu i Martínez, David II. Universitat de Barcelona. Departament de Química Orgànica

III. Col·lecció: Textos docents (Universitat de Barcelona) ; 90

1. Química orgànica 2. Manuals de laboratori

© PUBLICACIONS I EDICIONS DE LA UNIVERSITAT DE BARCELONA, 2005

Adolf Florensa, s/n; 08028 Barcelona; Tel. 934 035 442; Fax 934 035 446;

comercial.edicions@ub.edu; <http://www.publicacions.ub.es>

Dipòsit legal: B-20809-2005

ISBN: B-84-475-2911-8

Impressió: Gráficas Rey, S.L.

Imprès a Espanya / Printed in Spain

ÍNDIX

Pàgina

PRESENTACIÓ	2
INTRODUCCIÓ	3
NORMES DE TREBALL EN EL LABORATORI.....	5
NORMES DE SEGURETAT EN EL LABORATORI.....	9
PRÀCTICA 1: PREPARACIÓ DE L'ÀCID CAPROIC	13
PRÀCTICA 2: PREPARACIÓ DEL 2-FENILINDOLE	15
PRÀCTICA 3: ACILACIÓ DE PRIEDEL-CRAFTS.....	17
PRÀCTICA 4: OBTENCIÓ DEL TRANS-2-FENILCICLOHEXANOL	19
PRÀCTICA 5: SÍNTESI DE LA 5,10,15,20-TETRAFENILPORFIRINA I DEL SEU COMPLEX DE COURE	21
PRÀCTICA 6: SÍNTESI DE LA 4-(N,N-DIMETIL)AMINO-3-METILBUTAN-2-ONA.....	23
PRÀCTICA 7: DERIVATS DEL 1,2-DIFENILETÀ.....	25
PRÀCTICA 8: PREPARACIÓ DE LA 2-HEXILCICLOPENT-2-ENONA.....	29
PRÀCTICA 9: SÍNTESI DE L'ANTRACÈ.....	31
PRÀCTICA 10: SÍNTESI DE LA 4-VINILBENZOFENONA	35
PRÀCTICA 11: ANÀLISI I DETERMINACIÓ ESTRUCTURAL DE COMPOSTOS	38

PRESENTACIÓ

L'assignatura d'*Experimentació en Química Orgànica* (EQO) del pla d'estudis de 1992 de la nostra universitat és la continuació lògica, a un nivell superior, de la *Introducció a l'Experimentació en Química Orgànica* (IEQO) impartida en el primer cicle. Aquesta, juntament amb la *Determinació Estructural*, constitueixen els prerequisits de la present assignatura. Des d'aquest punt de vista, els seus objectius es poden formular amb relativa facilitat: 1) ampliar i consolidar la formació pràctica en Química Orgànica que els estudiants hagin pogut ja adquirir a través de l'IEQO; 2) experimentar la reactivitat dels composts orgànics ja coneguda des del punt de vista teòric; 3) introduir la dimensió espectroscòpica com a eina essencial del treball experimental, i 4) contribuir d'aquesta manera a augmentar el criteri químic i la maduresa dels futurs llicenciats.

En consonància amb aquests objectius, les pràctiques que es proposen en el present manual comporten un increment en la complexitat de les operacions a realitzar per l'estudiant, alhora que un nivell superior d'exigència per part dels professors. Hom preten amb això estimular en la mesura del possible la iniciativa i independència de criteri en l'estudiant, que assoleix en aquesta assignatura un paper actiu en la recerca d'informació prèvia de cada pràctica (fonament teòric, propietats físico-químiques, etc.) i una major autonomia en la seva realització.

El disseny i els protocols experimentals de les pràctiques d'aquest manual no s'han fet partint de zero, sinó que incorporen bona part de l'experiència col·lectiva acumulada pel nostre Departament en docència pràctica de segon cicle al llarg dels darrers anys. Hem de reconèixer, doncs, les aportacions dels col·legues del nostre Departament que en el passat han posat a punt i/o refinat algunes de les metodiques que aquí es proposen i, en general, agrair al Departament el recolzament que ha donat en tot moment a la nostra tasca. Hem d'expressar, en particular, el nostre reconeixement als Drs. Angel Montaña i Fèlix Urpí, compiladors del manual per a la *Introducció a l'Experimentació en Química Orgànica*, que ens ha proporcionat pautes per a la confecció d'aquest. Volem agrair també a la Universitat de Barcelona la dotació de sis beques de col·laboració docent per a la posada a punt d'aquesta assignatura i, molt especialment, la inestimable col·laboració dels corresponents becaris, Eva Borràs Ramírez, Annabel Cosp Asmuss, Míriam Frieden Bruguera, Mariano Martínez Rubio, Gemma Mas Torrent i Meritxell Teixidó Turà, estudiants del nostre Departament, que han verificat les pràctiques de nova introducció i contribuït a la redacció d'aquest manual. Tot i haver gaudit de tan bona col·laboració, els sotasignats assumim l'exclusiva responsabilitat per qualsevol imprecisió o error indetectat de la present edició. Conscients que és millorable, agraiem els suggeriments de professors i alumnes per tal de superar possibles deficiències en contingut o estructura. El considerable esforç i il·lusió que requereix la preparació d'una assignatura experimental com aquesta només es pot veure recompensat amb la constatació que contribueix positivament a millorar l'ensenyament de la Química a la nostra Universitat.

Barcelona, abril de 1997

Dr. David Andreu
Dr. Joan-Anton Farrera
Dr. Ernesto Nicolás
Dra. Dolors Velasco

INTRODUCCIÓ

1. DEFINICIÓ DE L'ASSIGNATURA.

L'*Experimentació en Química Orgànica* (EQO) és una assignatura del segon cicle de la Llicenciatura en Química del Pla d'Estudis de 1992 de la Universitat de Barcelona. Té assignats 7.5 crèdits (corresponents a 75 h lectives) i els seus prerequisits són la *Introducció a l'Experimentació en Química Orgànica* (IEQO) i la *Determinació Estructural* (DE).

2. OBJECTIUS.

L'objectiu final del conjunt d'assignatures de pràctiques que integren la Llicenciatura en Química és el d'aconseguir que l'alumne assimili el mètode científic de treball i adquireixi uns bons hàbits experimentals que li permetin desenvolupar-se amb facilitat dins d'un laboratori químic, i poder portar a la pràctica els coneixements adquirits en les assignatures no experimentals.

Els objectius específics de la *Experimentació en Química Orgànica* són:

- a) Consolidar els coneixements adquirits a l'anterior assignatura experimental (IEQO) i complementar-los amb l'aprenentatge de noves tècniques.
- b) Aplicar els coneixements sobre tècniques cromatogràfiques i espectroscòpiques al seguiment de reaccions i a la caracterització de productes intermedis i finals.
- c) Augmentar, dintre de les possibilitats que ofereixen aquestes pràctiques, el grau d'autonomia i la capacitat de decisió de l'alumne.

Igual que en les assignatures experimentals anteriors, segueix essent objectiu d'aquesta assignatura:

- d) Inculcar als alumnes el mètode científic de treball: que coneguin l'objectiu de cada experiment, que planifiquin el treball procurant aprofitar al màxim el temps disponible, que treballin de forma ordenada i meticulosa, que observin els canvis que es produeixen en el procés químic, que anotin a la seva llibreta de laboratori totes les dades d'interès (observacions, pesades, càlculs, etc), que quantifiquin i interpretin els resultats, i que treguin les conclusions pertinents.
- e) Relacionar els procediments experimentals de cada pràctica amb els coneixements adquirits a les assignatures de teoria, de manera que l'alumne entengui el perquè de cada operació que realitzi en el laboratori.
- f) Habituar l'alumne a treballar amb cura i netedat, així com a mantenir l'ordre i organització que es requereix quan moltes persones treballen en un mateix laboratori.
- g) Mentalitzar l'alumne del valor real de tot el material i aparells que es posen a la seva disposició i que, de cara a la seva conservació en bon estat, és essencial utilitzar-los i manipular-los correctament.
- h) Mentalitzar l'alumne de la importància de la seguretat i la higiene en el treball de laboratori, així com del tractament i l'eliminació de residus que es generen a cada pràctica. Per tal de minimitzar aquests residus, i tenint en compte les possibilitats de l'alumne i la disponibilitat de material de laboratori adequat, es procurarà treballar amb quantitats de reactius i dissolvents el més petites possible.

3. CONTINGUTS.

Les pràctiques que integren aquest manual cobreixen un ampli ventall de la reactivitat introduïda a les assignatures de teoria (formació d'enllaços C-C, síntesi de sistemes heterocíclics, substitucions alifàtiques i aromàtiques, oxidacions, reduccions, addicions, eliminacions, etc.). També hauran de realitzar una pràctica, com a mínim, consistent en la separació i identificació dels components d'una barreja binària. En aquesta pràctica els alumnes, encara que estiguin sota la supervisió d'un professor, disposaran d'un elevat grau d'autonomia, iniciativa i capacitat de decisió.

Des del punt de vista experimental, aquestes pràctiques permeten insistir en la major part de tècniques i operacions bàsiques de laboratori introduïdes anteriorment (destil·lació simple i al buit, cristallització,

cromatografia en capa fina i en columna, treball en medi anhidre, etc.) així com introduir-ne alguna de nova (eliminació d'aigua mitjançant un aparell Dean-Stark).

El coneixement que té ja l'alumne de les tècniques de determinació estructural més usals en Química Orgànica (RMN, UV-VIS, IR, polarimetria) permet aplicar-les, conjuntament amb tècniques que ja coneix (determinació del punt de fusió, etc.), a la caracterització de productes intermedis i finals. També s'utilitzarà la cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) en l'anàlisi de barreges finals de reacció.

4. CONSIDERACIONS DIDÀCTIQUES.

L'assignatura d'*Experimentació en Química Orgànica* (EQO) és la continuació lògica de la *Introducció a l'Experimentació en Química Orgànica* (IEQO), però evidentment a un nivell superior. L'alumne que comença la EQO té ja una certa maduresa química, que s'ha de consolidar i augmentar en la mesura del possible. Per tal d'aconseguir-ho creiem que s'ha d'actuar en dos sentits:

- 1) Augmentar gradualment el nivell de dificultat de les pràctiques i el nivell d'exigència per part dels professors. Aquesta línia d'actuació s'ha traduït en les següents propostes:
 - a) Augmentar lleugerament el nombre d'etapes sintètiques implicades en cada transformació química: La majoria de pràctiques que integren aquest manual corresponen a transformacions químiques de dues o més etapes, quan a IEQO predominaven les d'una o dues etapes.
 - b) Reduir fins on sigui possible l'escala de treball: Dintre les possibilitats dels alumnes i tenint en compte la disponibilitat de material de laboratori adequat, es procurarà treballar amb quantitats de producte el més petites possible.
 - c) Posar èmfasi en la qualitat del treball: No és suficient d'obtenir el producte desitjat amb un bon rendiment. Cal també obtenir-lo amb un grau de puresa elevat, encara que això impliqui la repetició d'alguna de les etapes de purificació.
- 2) Augmentar gradualment, i sempre sota supervisió dels professors, el grau d'autonomia i la capacitat de decisió de l'alumne. Aquesta segona línia d'actuació implica que l'alumne:
 - a) Haurà d'informar-se del fonament teòric de totes les reaccions i operacions que hagi de realitzar en el laboratori.
 - b) Haurà d'informar-se de les propietats físico-químiques dels reactius i dissolvents que haurà d'utilitzar, així com dels productes esperats.
 - c) Haurà d'interpretar les dades espectroscòpiques i cromatogràfiques, i extreure'n conclusions sobre l'estructura i puresa dels productes.
 - d) En la pràctica de separació i identificació dels components d'una barreja haurà de buscar les condicions òptimes per a separar-los, i unes condicions cromatogràfiques (CCF) adequades per a verificar l'efectivitat del mètode de separació escollit. Així mateix, basant-se en les proves de solubilitat, haurà d'escollir les proves d'identificació de grups funcionals que cal fer i també el tipus de derivat que cal preparar.