

## 60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

### Información del Plan Docente

**Año académico:** 2019/20

**Asignatura:** 60454 - Metodologías fundamentales de síntesis

**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

**Materia:** ---

## 1. Información Básica

### 1.1. Objetivos de la asignatura

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.

### 1.2. 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.

### 1.3. Recomendaciones para cursar la 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.

## 2. Competencias y resultados de aprendizaje

### 2.1. 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.

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.

### 2.2. Resultados de aprendizaje

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.

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

### 2.3.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.

## 3.Evaluación

### 3.1.Tipo de pruebas y su valor sobre la nota final y criterios de evaluación para cada prueba

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 primera convocatoria como en la segunda, 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 al *Reglamento de Normas de Evaluación del Aprendizaje* (<https://ciencias.unizar.es/normativas-asuntos-academicos>). 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.

## 4.Metodología, actividades de aprendizaje, programa y recursos

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

### 4.2.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.

### 4.3.Programa

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

#### 1.- Síntesis de una 4-arilidenoxazolona.

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

#### 4.4. Planificación de las actividades de aprendizaje y calendario de fechas clave

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>).

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>.

#### 4.5. Bibliografía y recursos recomendados