

ADAPTACIÓN DE LAS CLASES PRÁCTICAS DE ASIGNATURAS DE QUÍMICA A UN MODELO DE SEMIPRESENCIALIDAD Y OPTIMIZACIÓN DEL TIEMPO DE TRABAJO EN LABORATORIO.

Prof. Responsable: Raquel Álvarez Lozano. Otros profesores: Manuel Medarde Agustín, Myriam González Díaz, Alba Vicente Blázquez, Sara del Mazo Borrego, Sergio Ramos Valero, Miguel Marín Folgado y Rafael Peláez Lamamié de Clairac Arroyo.

Departamento de Ciencias Farmacéuticas. Área de Química Farmacéutica.

Facultad de Farmacia. Universidad de Salamanca

INTRODUCCIÓN

El curso académico 2020/2021 ha estado marcado desde un comienzo por la situación sanitaria derivada de la pandemia causada por el coronavirus Sars-Cov2. Así, tanto la planificación como el inicio y desarrollo del curso se han visto condicionados por las medidas higiénico-sanitarias y las restricciones que limitaban el contexto social.

En este panorama, los profesores hemos tenido que adaptar nuestra programación y metodología en aras de cumplir con las condiciones sanitarias y frenar la expansión de la Covid-19. En este escenario, las prácticas de laboratorio de las asignaturas en las que participo se han visto limitadas en cuanto al número de estudiantes por laboratorio y al tiempo de cada estudiante en el laboratorio.

Las prácticas de laboratorio son un apartado fundamental en las asignaturas de química general y de química orgánica. En ellas, los estudiantes adquieren competencias específicas como:

- Identificar, diseñar, obtener, analizar y producir principios activos y materiales de interés químico o sanitario
- Llevar a cabo procesos de laboratorio estándar incluyendo el uso de equipos científicos de síntesis y análisis, instrumentación apropiada incluida.
- Estimar los riesgos asociados a la utilización de sustancias químicas y procesos de laboratorio

Teniendo esto en cuenta, la programación existente de las prácticas de laboratorio de las asignaturas de química orgánica en las que imparto docencia incluían una introducción al conocimiento del material de laboratorio y de las normas de seguridad, explicación y demostración de las técnicas generales, desarrollo de los experimentos propuestos y análisis de los resultados.

La reducción de la ocupación de los laboratorios y de las horas totales de laboratorio por estudiante justifica la necesidad de completar la docencia práctica con docencia virtual que desarrolle el aprendizaje basado en problemas y el aprendizaje cooperativo. La docencia virtual no puede ni debe sustituir, en ningún caso, el aprendizaje experimental, pero su puesta en marcha facilita la integración previa de conocimiento respecto al material, normas de seguridad y metodología de trabajo. Esto conlleva una optimización del tiempo en el laboratorio que permite que los estudiantes adquieran todas y cada una de las competencias establecidas en las Guías Académicas.

OBJETIVOS

El objetivo fundamental de este proyecto es

El objetivo general del proyecto consiste en aprovechar el modelo de semipresencialidad (aprobado por la Junta de Facultad para el curso 2020/2021) para revisar, adaptar y mejorar la docencia práctica en las asignaturas de química con la finalidad de optimizar el tiempo de laboratorio, dotar a los estudiantes con más herramientas de trabajo y, en definitiva, incrementar el aprovechamiento de las horas prácticas y mejorar el aprendizaje. Particularizando, los objetivos específicos son los siguientes:

Aportar recursos que aumenten el conocimiento previo de los estudiantes acerca del trabajo de laboratorio: estos recursos incidirán en el material de laboratorio, las medidas de seguridad necesarias para el laboratorio, el conocimiento de las fichas de seguridad de los reactivos.

Generar material audiovisual acerca de las principales técnicas generales y la metodología de trabajo o virtualización de enseñanzas “know-how”

Realizar cuestionarios de autoevaluación que establezcan el punto de partida y los conocimientos adquiridos tras el aprendizaje no presencial.

Rediseñar el trabajo experimental a desarrollar en el laboratorio para que el estudiante pueda realizarlo con mayor autonomía y eficacia.

Evaluar y comparar el aprendizaje de los estudiantes en relación con la realización “tradicional de las prácticas de laboratorio.

PLAN DE TRABAJO

El plan de trabajo del equipo docente formado por un Catedrático de Universidad, un Profesor Titular, una Profesora Contratada Doctor y cinco contratados predoctorales en formación, ha consistido en las siguientes fases:

- Diseño y realización de cuestionarios de autoevaluación. Se han realizado dos cuestionarios: uno inicial para valorar el grado de conocimiento del material de laboratorio y de las normas de seguridad y un segundo cuestionario para valorar el aprendizaje de las cuestiones básicas no solo respecto al material y la seguridad sino de técnicas generales y metodología a emplear en la parte experimental.

- Elaboración de material visual y audiovisual que aporte los recursos necesarios para el aprendizaje del estudiante previo a la entrada a los laboratorios:
- Información sobre recursos electrónicos acerca de la seguridad en el laboratorio, el riesgo químico, la toxicidad y las fichas SDS de los reactivos químicos, el tratamiento de residuos peligrosos, tanto proporcionados por la Oficina de Prevención de Riesgos de la USAL como de páginas especializadas de sociedades químicas.
- Generación de vídeos breves explicativos de las técnicas generales del laboratorio, realizados en las mismas condiciones que luego emplearán los estudiantes en el laboratorio.
- Diseño y adaptación del trabajo experimental. Se ha fomentado que los estudiantes realicen todas las técnicas básicas fijadas en el programa de cada asignatura aplicando lo aprendido anteriormente para aumentar la eficacia en el laboratorio y fomentando una mayor autonomía del estudiante que ha trabajado individualmente y no por parejas como en cursos anteriores.
- Evaluación del aprendizaje. El trabajo de laboratorio individual, así como el menor ratio estudiantes/profesor permitirá al docente una adecuada evaluación in situ que se complementará con una prueba de evaluación similar a la de cursos anteriores que permita comprobar si se consigue efectivamente una mejora en los resultados de aprendizaje.

Este proyecto emplea una metodología docente que busca la innovación en las sesiones prácticas y un incremento y mejora del trabajo autónomo por parte del alumnado. Así, se interviene en diversas fases de proceso de aprendizaje; Promociona la autonomía, lo cual genera motivación e interés; Y combina tres estrategias docentes desde la más pasiva hasta la más activa: 1) Enseñar cómo se hace; 2) Mostrar cómo se hace; 3) Hacer por uno mismo.

ACTIVIDADES Y RESULTADOS

Este proyecto de innovación docente se ha implementado en tres asignaturas troncales, 2 del Grado en Farmacia (Química Orgánica I y Química Orgánica II) y una del Grado en Ingeniería Agrícola (Química). Las actividades y resultados obtenidos se detallan a continuación siguiendo el plan de trabajo arriba expuesto.

1. Elaboración de material visual y audiovisual.

Se ha elaborado una presentación acerca de las normas generales de seguridad en el laboratorio, el material necesario para la realización de las prácticas y los fundamentos de las técnicas generales a realizar.

Adicionalmente se han grabado breves vídeos explicativos sobre el manejo del material y la realización de las técnicas generales.

Se han proporcionado previamente los guiones de las prácticas a realizar para su lectura, comprensión y resolución de dudas.

Las presentaciones y vídeos elaborados que se han puesto a disposición de los estudiantes a través de Studium en las diferentes asignaturas se relacionan a continuación:

2. -Información sobre recursos electrónicos acerca de la seguridad en el laboratorio

A través de Studium se han facilitado recursos electrónicos acerca de la seguridad en el laboratorio, el riesgo químico, la toxicidad y las fichas SDS de los reactivos químicos, el tratamiento de residuos peligrosos, tanto proporcionados por la Oficina de Prevención de Riesgos de la USAL como de páginas especializadas de sociedades químicas.

El material proporcionado se relaciona a continuación y está accesible para los estudiantes en Studium. En el Anexo I se adjunta una muestra de una de las presentaciones, los vídeos explicativos estamos barajando la posibilidad de subirlos a un repositorio:

- Normas de seguridad para prácticas (Presentación en ppt)
- Tríptico de "Se Tríptico de "Seguridad en el laboratorio" de la USAL (pdf)
- Tríptico sobre "residuos peligrosos"(pdf).
- Manual de Gestión de Residuos peligrosos (pdf)
- Modelo de ficha de seguridad de compuesto químico (pdf)
- Presentación sobre las prácticas de laboratorio, normas generales, materiales y técnicas experimentales (varios ppt)
- Vídeos sobre técnicas generales:
 - Preparación de disolución de HCl 2N
 - Preparación de disolución de NaOH al 10%
 - Preparación de diluciones seriadas
 - Extracción líquido-líquido
 - Filtración a vacío
 - Filtración por gravedad
 - Uso del rotavapor
 - Montaje de una reacción a reflujo
 - Purificación por cristalización
 - Realización de una valoración ácido-base con bureta y reactivos indicadores

3. -Diseño y realización de cuestionarios

Se han elaborado dos tipos de cuestionarios iniciales:

- Un cuestionario acerca de la normativa de seguridad y comportamiento adecuado en el laboratorio y comportamiento. Este cuestionario se ha realizado al inicio del curso con la finalidad de que los estudiantes tomen conciencia de la importancia de la Seguridad en el laboratorio y se adjunta como Anexo II.
- Un cuestionario acerca del material y técnicas generales documentadas en las presentaciones y los vídeos explicativos. Este cuestionario se ha realizado a cada grupo de estudiantes antes de comenzar las prácticas con el fin de evaluar si habían adquirido los conocimientos necesarios para su realización a través del material proporcionado. Un ejemplo de este cuestionario se muestra en el Anexo III

4. -Diseño y adaptación del trabajo experimental

Los estudiantes una vez trabajado todo el material preparado y realizada la evaluación individual, procedían en el laboratorio a la realización de la parte experimental.

En el laboratorio se les proporcionaba el material necesario para su trabajo individual y el profesor solamente estaba de apoyo para solucionar dudas o contratiempos. Cada estudiante ha trabajado de manera autónoma e independiente

5. -Evaluación del aprendizaje

Los resultados obtenidos por los estudiantes en la evaluación de las prácticas de cada una de las asignaturas ha sido considerablemente superior, ya que han la media de sus calificaciones por su trabajo en el laboratorio ha estado entre el 7,5 y el 8,0, cuando habitualmente es un punto inferior (entre 6,5 y 7,0).

Los resultados en los exámenes escritos también han mejorado pasando de medias entre 5 y 5,5 a medias de entre 5,8 y 6,5 siendo el porcentaje de suspensos inferior al 10%.

CONCLUSIONES

Este proyecto ha permitido que el desarrollo de las prácticas correspondientes a las asignaturas de Química Orgánica impartidas por los profesores del departamento de Ciencias Farmacéuticas que participan en este proyecto se haya realizado permitiendo un aprovechamiento de recursos y soventado las limitaciones y restricciones en cuanto a espacios y tiempos impuestas por los reglamentos COVID tanto a nivel Universitario como Estatal.

El trabajo y esfuerzo tanto de docentes como de estudiantes ha permitido que la adquisición de competencias no se haya visto comprometida.

Es destacable el aumento de la implicación de los estudiantes y el incremento de autonomía demostrada en los laboratorios, lo cual insta a los docentes a seguir trabajando con los recursos elaborados en próximos cursos académicos aunque no se repitan las limitaciones establecidas en el curso 2020/2021.

Los resultados de aprendizaje han sido muy positivos y todavía existe margen de mejora en la organización del material, el tiempo de trabajo individual de los estudiantes y en la realización de autoevaluaciones que condicionen la entrada a los laboratorios.

Aspectos Generales

PRACTICAS DE QUIMICA ORGANICA II - 2020

Obligatorias

Seminarios conocimientos previos

Trabajo experimental laboratorio:
2 días - 2,5 horas diarias

Examen - Resumen del trabajo - Valoración profesor
10% de la calificación final de la asignatura

Cuaderno de prácticas

Material y técnicas de trabajo

Guiones : Química Orgánica I
 Química Orgánica II
 Química Farmacéutica

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

DEBIDO A LAS CIRCUNSTANCIAS ESPECIALES DE ESTE CURSO, ADEMÁS DE LA SEGURIDAD HABITUAL QUE DEBE TENERSE EN UN LABORATORIO DE QUÍMICA HAY QUE TENER EN CONSIDERACIÓN LAS NORMAS ADECUADAS PARA EVITAR EL CONTAGIO Y LA DISEMINACIÓN DEL coronavirus SARS-CoV-2

Deben seguirse las normas de la USAL durante este periodo especial

Entre las normas a seguir a este respecto no debe olvidarse de acudir a las prácticas de laboratorio provistos de mascarilla (es conveniente llevar una de respuesto) y guantes de nitrilo

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

ANTES DE LAS PRÁCTICAS

- 1.- Estudiar detenidamente los guiones de prácticas
- 2.- Aclarar con los profesores cualquier duda que pueda existir sobre las prácticas, como realizarlas y los experimentos que se van a llevar a cabo
- 3.- Saber lo que se va a hacer en el laboratorio con el fin de evitar al máximo pérdidas de tiempo, movimiento dentro del laboratorio, consultas innecesarias, etc...

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

AL ACUDIR A LAS PRÁCTICAS

- 1.- Asegurarse de que se llevan todos los elementos de protección individual y otro material necesarios para su realización
- 2.- Seguridad personal: bata, gafas de seguridad, guantes, mascarilla
- 3.- Material individual de trabajo: espátula, tijeras, trapo, cuaderno de prácticas

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

ACCESO AL LABORATORIO DE PRÁCTICAS

- 1.- Los estudiantes deberán esperar a la entrada del edificio exento, respetando las distancias de seguridad
- 2.- El acceso a los laboratorios se hará desde la entrada al edificio, a medida que el profesor encargado vaya citando a cada uno
- 3.- El estudiante citado subirá a ocupar el sitio asignado y no se moverá de él
- 4.- Una vez finalizado el proceso darán comienzo las prácticas

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

DURANTE LAS PRÁCTICAS

- 1.- Las ventanas permanecerán abiertas continuamente. Si el tiempo lo impidiera, deberán abrirse durante 5 minutos tres veces cada hora.
- 2.- La circulación dentro del laboratorio deberá hacerse únicamente en sentido horario
- 3.- En todo momento deberá mantenerse la distancia de seguridad, especialmente en los pasillos y sitios comunes, a los que deberá accederse únicamente si fuera imprescindible.
- 4.- En todo momento habrá que tener puestos los elementos de seguridad química y sanitaria: bata, mascarilla, guantes y gafas de seguridad

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

REALIZACIÓN DE LAS PRÁCTICAS

- 1.- Preparar el material necesario
- 2.- Preparar los reactivos y disolventes necesarios para su realización
- 3.- Limpiar el material común antes de utilizarlo y después de utilizarlo (rotavapores, balanzas, probetas, reactivos, botellas de disolventes, pomos de puertas y ventanas...)
- 4.- Ir realizando los pasos de la práctica de acuerdo con los guiones y lo estudiado antes de acudir a las prácticas. En caso de duda, consultar al profesor, al que no habrá de acercarse más de la distancia de seguridad.
- 5.- Completar todo el proceso tomando las anotaciones necesarias para saber lo que ha pasado y poder explicar la experimentación llevada a cabo.

NORMAS DE SEGURIDAD - COVID19

CADA DÍA AL ACABAR LAS PRÁCTICAS

- 1.- Lavar y limpiar exhaustivamente todo el material empleado (individual y común).
- 2.- Recoger el material individual y el material común que se haya utilizado
- 3.- Limpiar el sitio y las botellas utilizadas
- 4.- Asegurarse de que los grifos están cerrados y los hornillos apagados
- 5.- Abandonar el laboratorio en la dirección indicada, paulatinamente y sin aglomeraciones

NORMAS DE SEGURIDAD

LOS PRODUCTOS QUÍMICOS SON POTENCIALMENTE PELIGROSOS: TÓXICOS, IRRITANTES, CAUSTICOS,

Para su manejo requiere una serie de precauciones

Se debe tener un conocimiento adecuado de su potencial peligrosidad

En cada caso de deberán adoptar las medidas adecuadas y utilizar el material recomendado para su manejo

Material individual:

Bata, gafas, guantes, espátula, bayeta y tijeras

Material general e instalaciones:

Mesa de trabajo, Reactivos y disolventes comunes, Vitrinas,...

Cada pareja dispondrá de un juego de material de vidrio

NORMAS DE SEGURIDAD

MATERIAL INDIVIDUAL

Bata (imprescindible):

Protección frente a ácidos, bases, productos corrosivos, quemaduras,.....

Gafas (imprescindible):

Protección de los ojos frente a ácidos, bases, productos corrosivos, quemaduras, productos queratogénicos,.....

Guantes (imprescindible):

Protección de las manos frente a ácidos, bases, productos corrosivos, quemaduras, productos queratogénicos,.....

Espátula (imprescindible):

Manejo de productos químicos

Bayeta (imprescindible):

Limpieza, recoger productos, coger material caliente

además, unas tijeras

NORMAS DE SEGURIDAD

Trabajo en vitrinas extractoras:

Requerido para trabajar con compuestos químicos con el fin de evitar que los compuestos volátiles de naturaleza tóxica o contaminante puedan dispersarse por el ambiente

Al menos debe trabajarse en la vitrina siempre que se utilicen compuestos que puedan tener estas características, o tener propiedades irritantes, como son en el desarrollo de las prácticas:

HNO_3 (c): vapores nitrosos

HCl (c): HCl gas

Ac_2O y AcOH (anhídrido y ácido acético): irritantes

NORMAS DE SEGURIDAD

MUCHOS DE LOS DISOLVENTES ORGÁNICOS SON INFLAMABLES POR LO QUE EN TODOS LOS CASO DEBEN TOMARSE LAS PRECAUCIONES CORRESPONDIENTES PARA EVITAR INCENDIOS

No calentar directamente los disolventes

Utilizar los medios adecuados para su evaporación (rotavapor)

No encender llamas en el laboratorio (mechero)

FUMAR está prohibido en los edificios públicos, pero es especialmente **PELIGROSO** en el laboratorio de **Química Orgánica**

NORMAS DE SEGURIDAD

EN GENERAL DEBE TOMARSE COMO NORMA:

Conocer en cada momento lo que se está haciendo

Leer los guiones de prácticas, entender lo que se va a hacer y en caso de duda - PREGUNTAR

Ante cualquier imprevisto preguntar al profesor encargado

Leer con detenimiento las etiquetas de las botellas de reactivos y disolventes para saber que contienen.
Comprobar los pictogramas de seguridad.

Utilizar el material específico (por ejemplo probetas para reactivos) preparado al efecto, sin que se mezclen

NORMAS DE SEGURIDAD

ALGUNAS INDICACIONES ADICIONALES:

En caso de que algo salte a los ojos:

LAVARSE INMEDIATAMENTE CON AGUA ABUNDANTE

En caso de que algo se caiga en la bata:

DESPRENDERSE INMEDIATAMENTE DE ELLA

En caso de que un producto químico (ácido, base, sustancia, disolvente, etc ...) entre en contacto con la piel:

LAVARSE INMEDIATAMENTE CON AGUA ABUNDANTE

En caso de que un producto químico se derrame:

ÁCIDO: neutralizar con bicarbonato sódico sólido

BASE: neutralizar con una disolución de HCl diluido

SÓLIDO: recogerlo (i sin tocarlo con las manos !)

ACEITES: absorberlo con papel de filtro y limpiar con disolvente

NORMAS DE SEGURIDAD

ALGUNAS INDICACIONES ADICIONALES:

NO HACER NUNCA NADA SIN TENER IDEA DE LO QUE SE ESTÁ HACIENDO

En caso de que haya un incendio

En caso de que haya una fuga de material tóxico

En caso de que se produzca una situación de peligro potencial

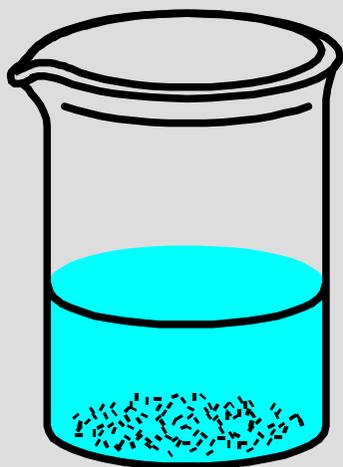
ABANDONAR EL LABORATORIO Y AVISAR

y en caso de duda..... **ABANDONAR EL LABORATORIO Y AVISAR**

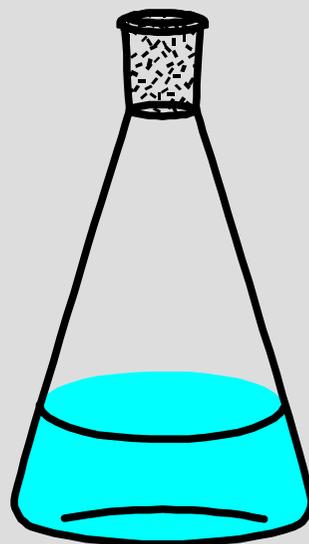
MATERIAL

EL MATERIAL QUE SE EMPLEA PARA LLEVAR A CABO LAS DIVERSAS OPERACIONES EN EL LABORATORIO ES MATERIAL DE VIDRIO, ENTRE EL QUE SE ENCUENTRA:

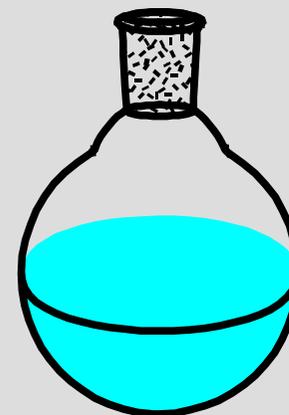
Material en el que se depositan las sustancias y las disoluciones durante la realización de reacciones o su manipulación



VASO DE PRECIPITADO



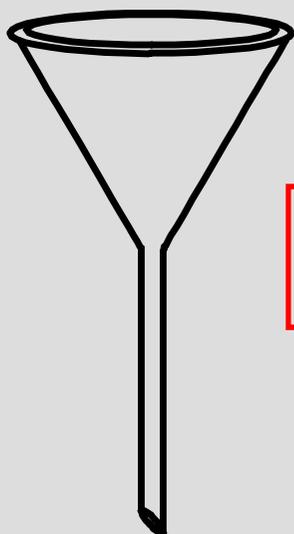
ERLENMEYER



BALÓN

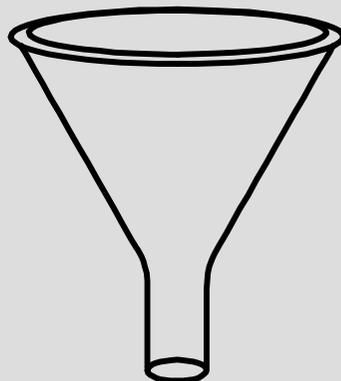
MATERIAL

Material para trasvasar los líquidos y las disoluciones



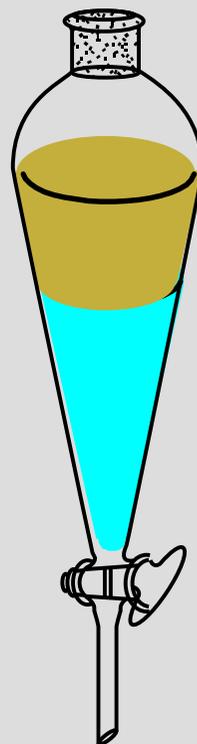
EMBUDO CÓNICO

Material para trasvasar sólidos



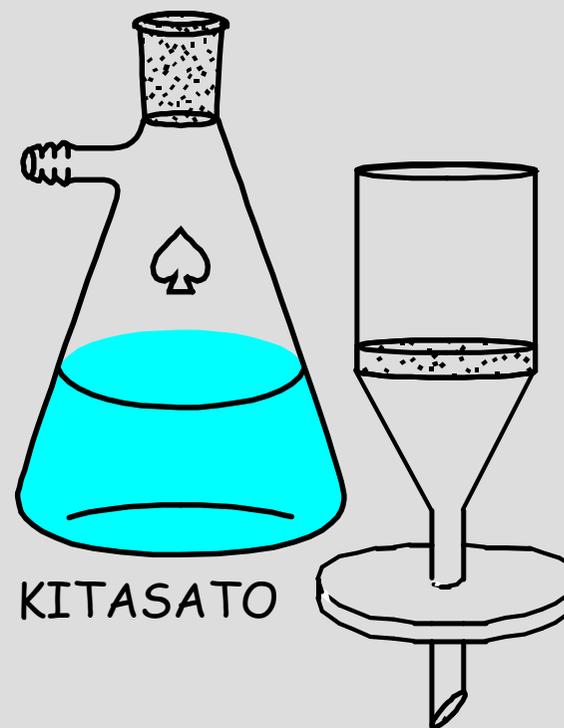
EMBUDO CÓNICO

Material para separar líquidos (disoluciones) inmiscibles



EMBUDO DE DECANTACIÓN

Material para realizar filtraciones y recoger sustancias sólidas

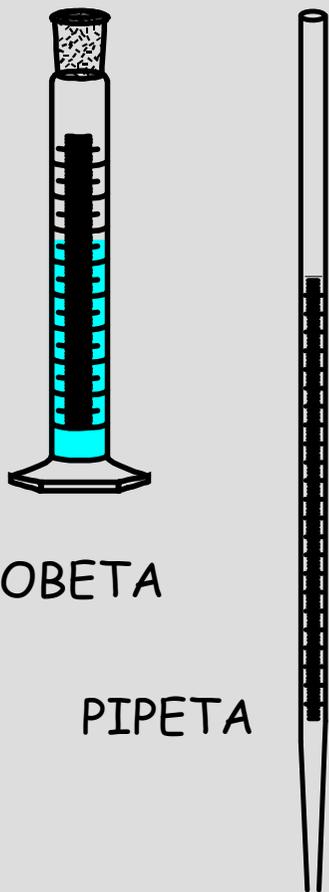


KITASATO

EMBUDO BUCHNER

MATERIAL

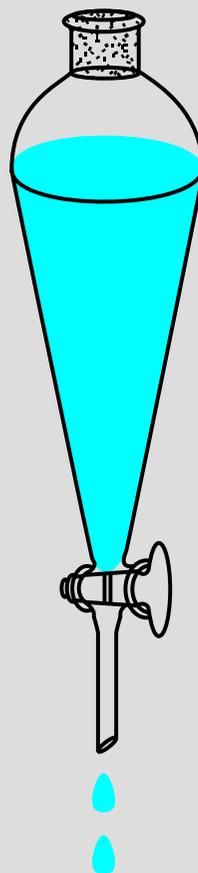
Material para medir
líquidos y disoluciones



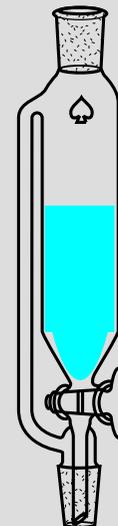
PROBETA

PIPETA

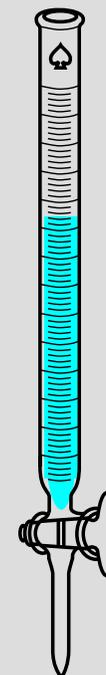
Material para añadir reactivos líquidos o en
disolución



EMBUDO DE DECANTACIÓN



EMBUDO DE
PRESIÓN
COMPENSADA

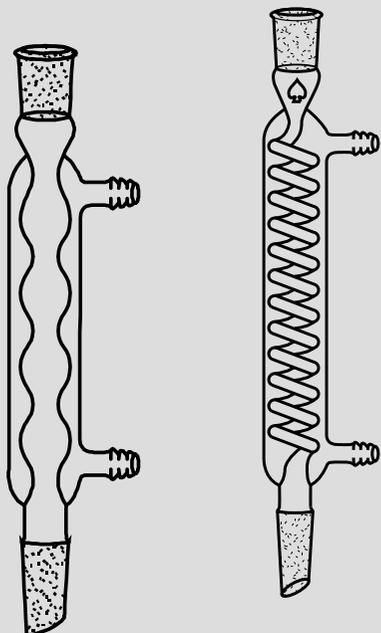


BURETA

MATERIAL

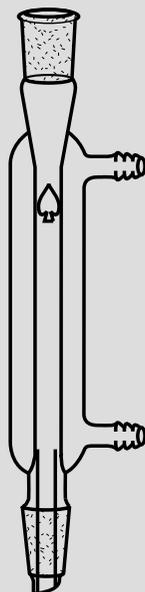
Material para realizar reacciones a reflujo

REFRIGERANTE DE SERPENTÍN

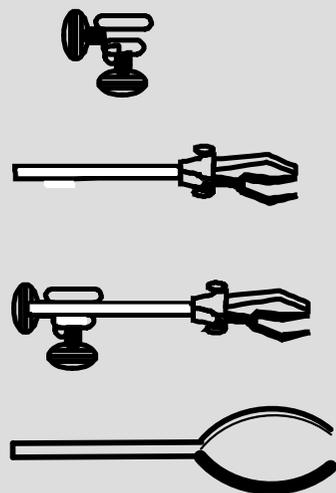


REFRIGERANTE DE BOLAS

REFRIGERANTE RECTO



Material diverso



NUECES, PINZAS Y AROS para sujetar

TERMÓMETRO



FRASCO LAVADOR



VIDRIO DE RELOJ para pesar sólidos

TÉCNICAS DE TRABAJO

ETAPAS HABITUALES DURANTE LA REALIZACIÓN DE UNA TRANSFORMACIÓN QUÍMICA PARA CONVERTIR UNOS REACTIVOS EN UNOS PRODUCTOS

1- Reacción

Montaje del material y preparación de reactivos y disolventes
(Reflujo, en frío, a temperatura ambiente,...)

Realización de las operaciones indicadas

Finalización de la reacción. Obtención del crudo de reacción.

2- Aislamiento de los productos de reacción

3- Purificación de los productos de reacción

4- Caracterización (determinación estructural) de los productos de reacción

1-REACCIÓN

En primer lugar

Preparar todo el material y una vez montado, los reactivos necesarios

Reacciones en frío

Debe enfriarse exteriormente el recipiente en el que se lleva a cabo la reacción. Reacciones exotérmicas.

Reacciones a temperatura ambiente

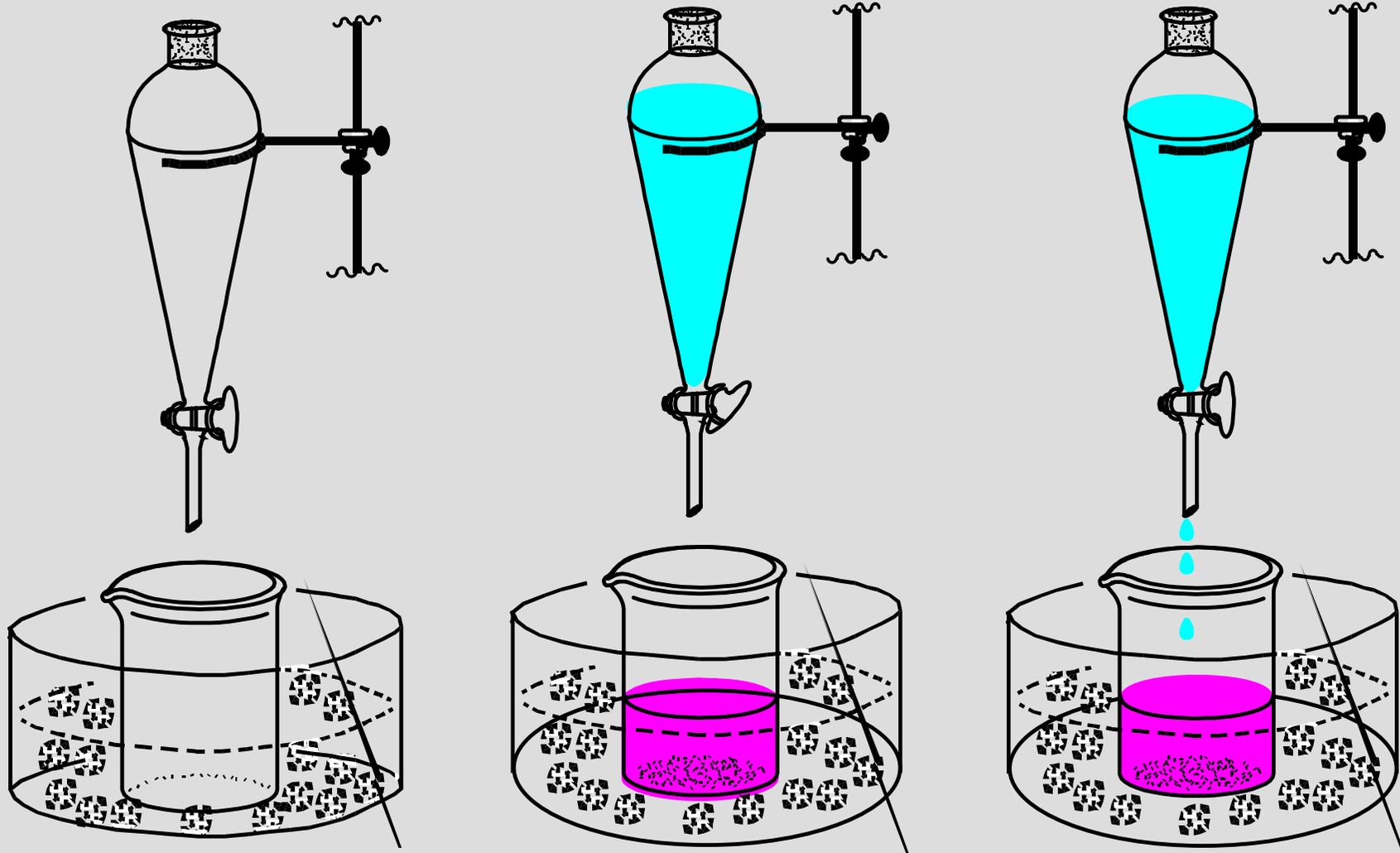
Reacciones que no requieren control de la temperatura

Reacciones a temperatura elevada (frecuentemente a reflujo)

Necesitan calor para iniciarse o mantenerse y un montaje adecuado para evitar la evaporación de los disolventes o de los reactivos que intervienen

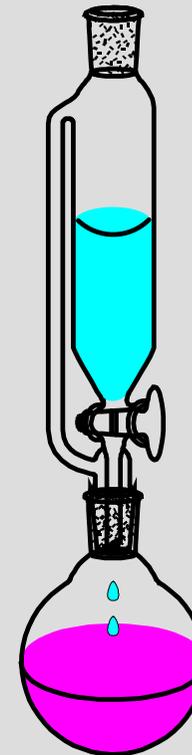
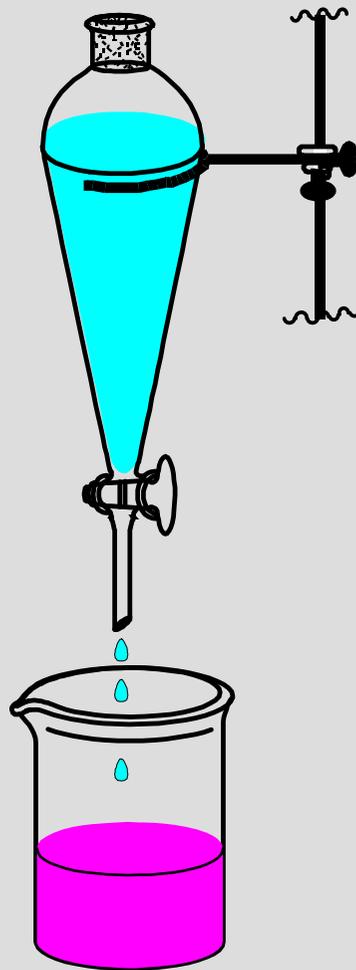
1-REACCIÓN

REACCIÓN EN FRÍO



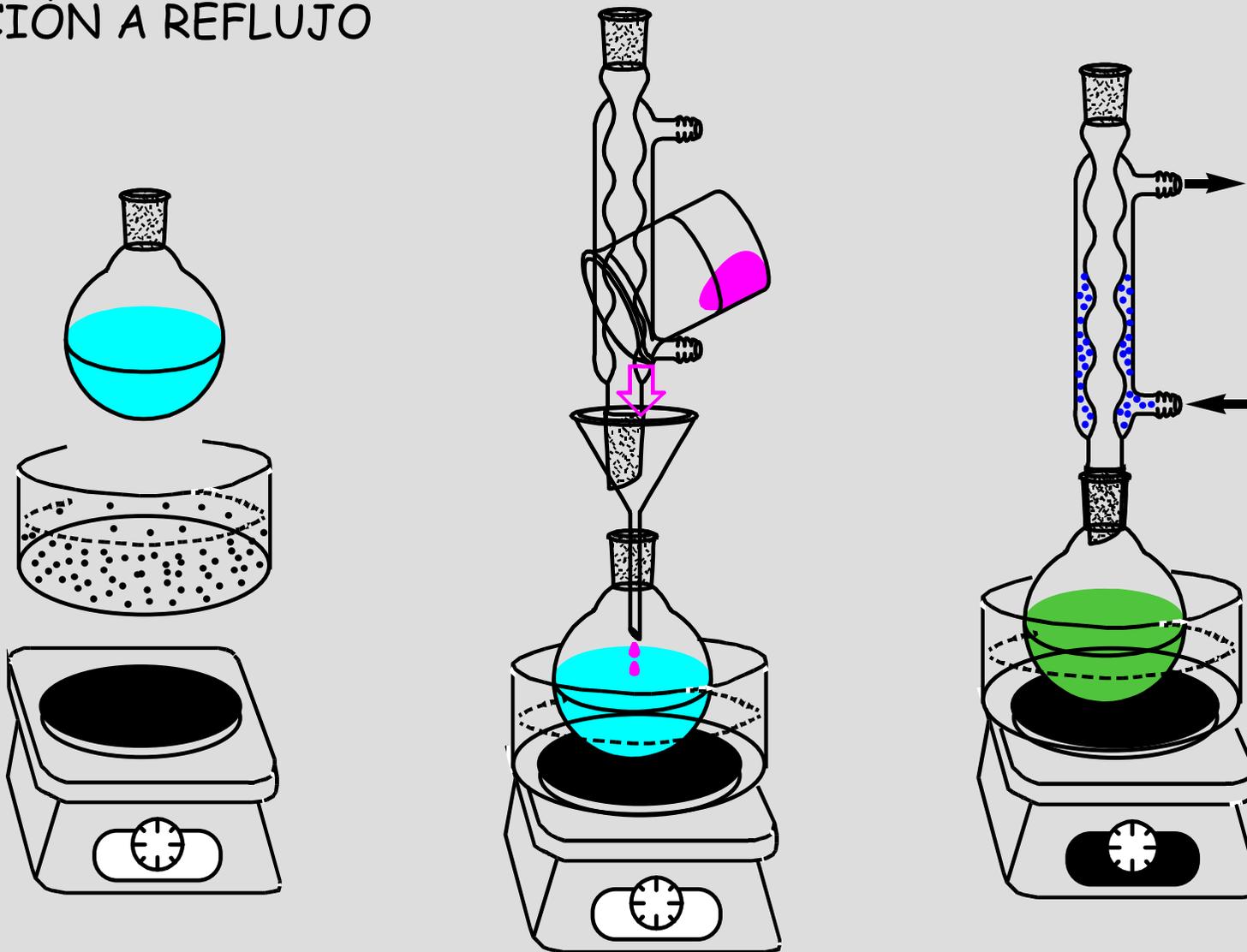
1-REACCIÓN

REACCIÓN A TEMPERATURA AMBIENTE



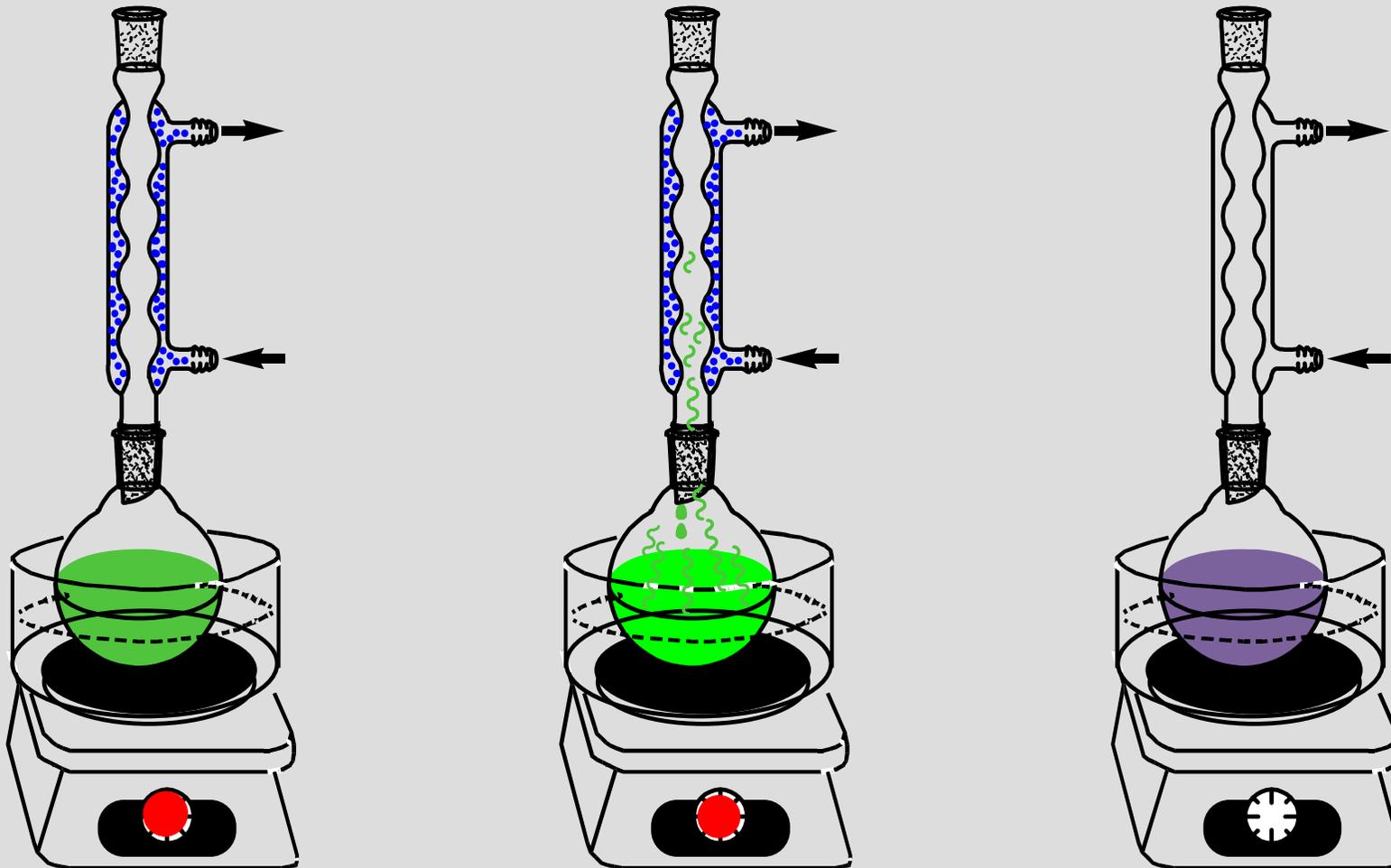
1-REACCIÓN

REACCIÓN A REFLUJO



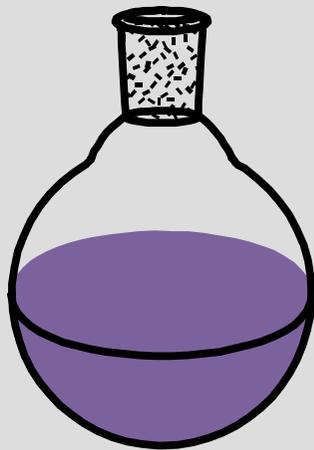
1-REACCIÓN

REACCIÓN A REFLUJO



1-REACCIÓN

Al finalizar se suele añadir agua (o una disolución adecuada, por ejemplo de ácido para neutralizar una base), evaporar el disolvente, etc... obteniéndose el producto bruto de reacción o "CRUDO DE REACCIÓN"



CRUDO DE REACCIÓN

- Producto de reacción
- Materiales de partida en exceso
- Reactivos orgánicos
- Reactivos inorgánicos
- Productos inorgánicos
- Disolvente(s)
- Otros subproductos

AISLAMIENTO



PRODUCTO DE REACCIÓN

2-AISLAMIENTO DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

ETAPAS HABITUALES, DESPUÉS DE LA REALIZACIÓN DE UNA TRANSFORMACIÓN QUÍMICA, PARA SEPARAR LOS PRODUCTOS SINTETIZADOS DEL RESTO DE LOS MATERIALES AÑADIDOS O PRODUCIDOS DURANTE LA REACCIÓN

Generalmente se recurre a la **extracción líquido-líquido**, utilizando:

un disolvente orgánico (en el que son solubles los compuestos orgánicos - que suelen ser poco polares) inmisible con agua

agua (en la que son solubles las sales inorgánicas resultantes de los reactivos empleados)

2-AISLAMIENTO DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

El material empleado es el embudo de decantación

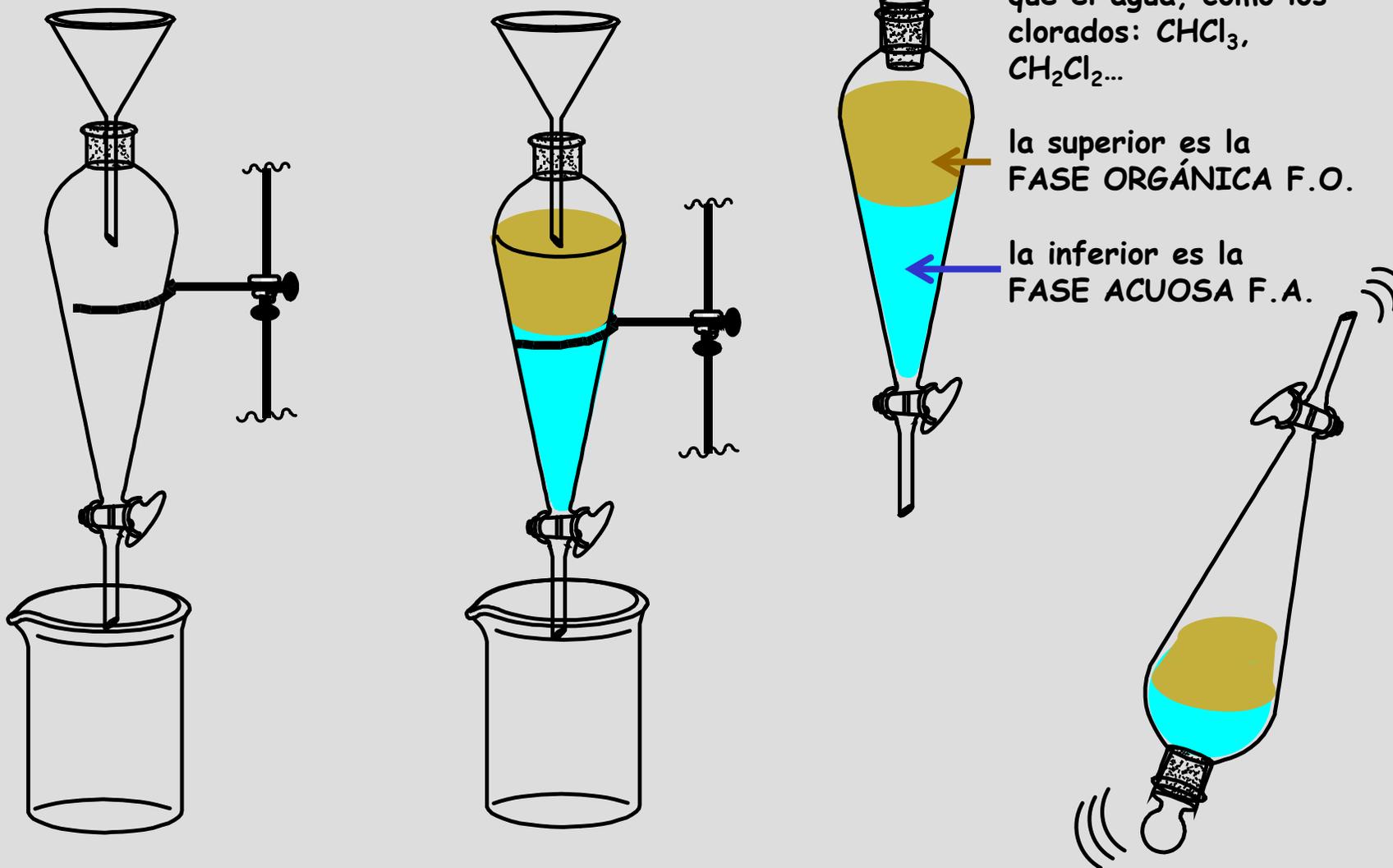
La elección del disolvente depende de la solubilidad de los compuestos

Se utilizan agua o disoluciones acuosas, dependiendo del tipo de sustancias que se quieran separar entre la fase orgánica y la fase acuosa

La técnica es general y puede adaptarse a muchas posibilidades, solamente se comentarán los aspectos más habituales y la aplicación más general, la separación de ácidos, bases y sustancias neutras

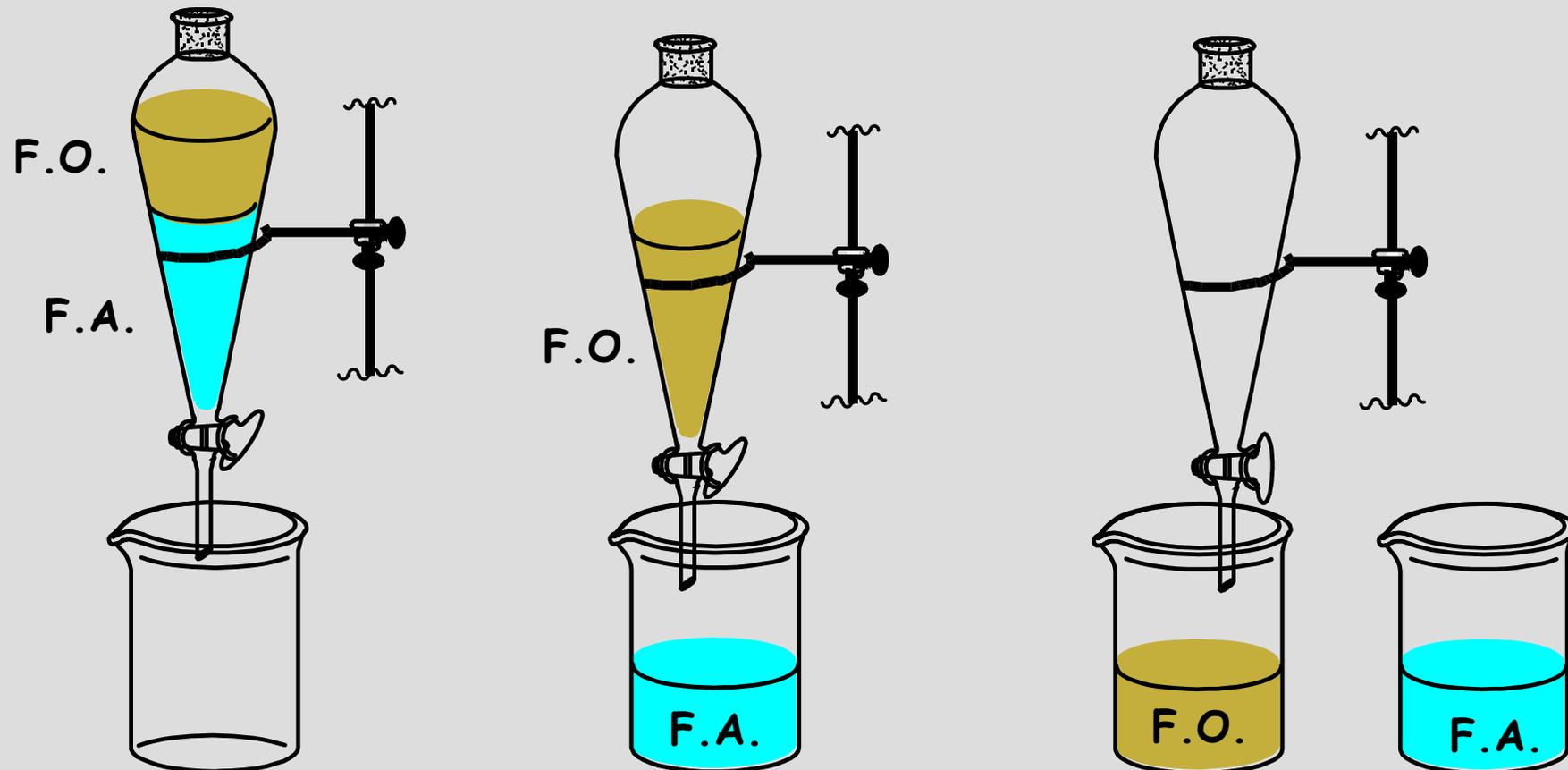
2-AISLAMIENTO DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO



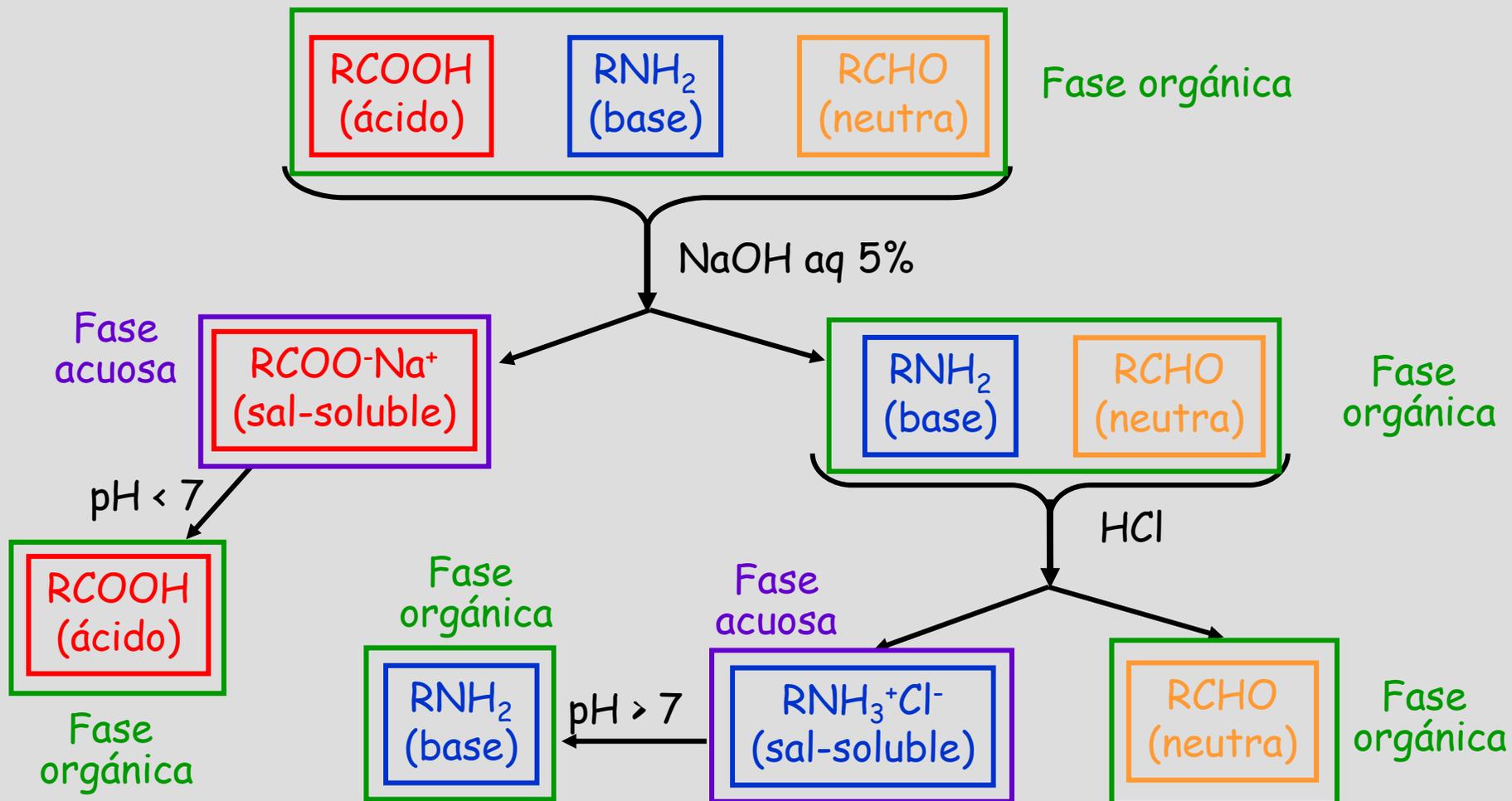
2-AISLAMIENTO DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO



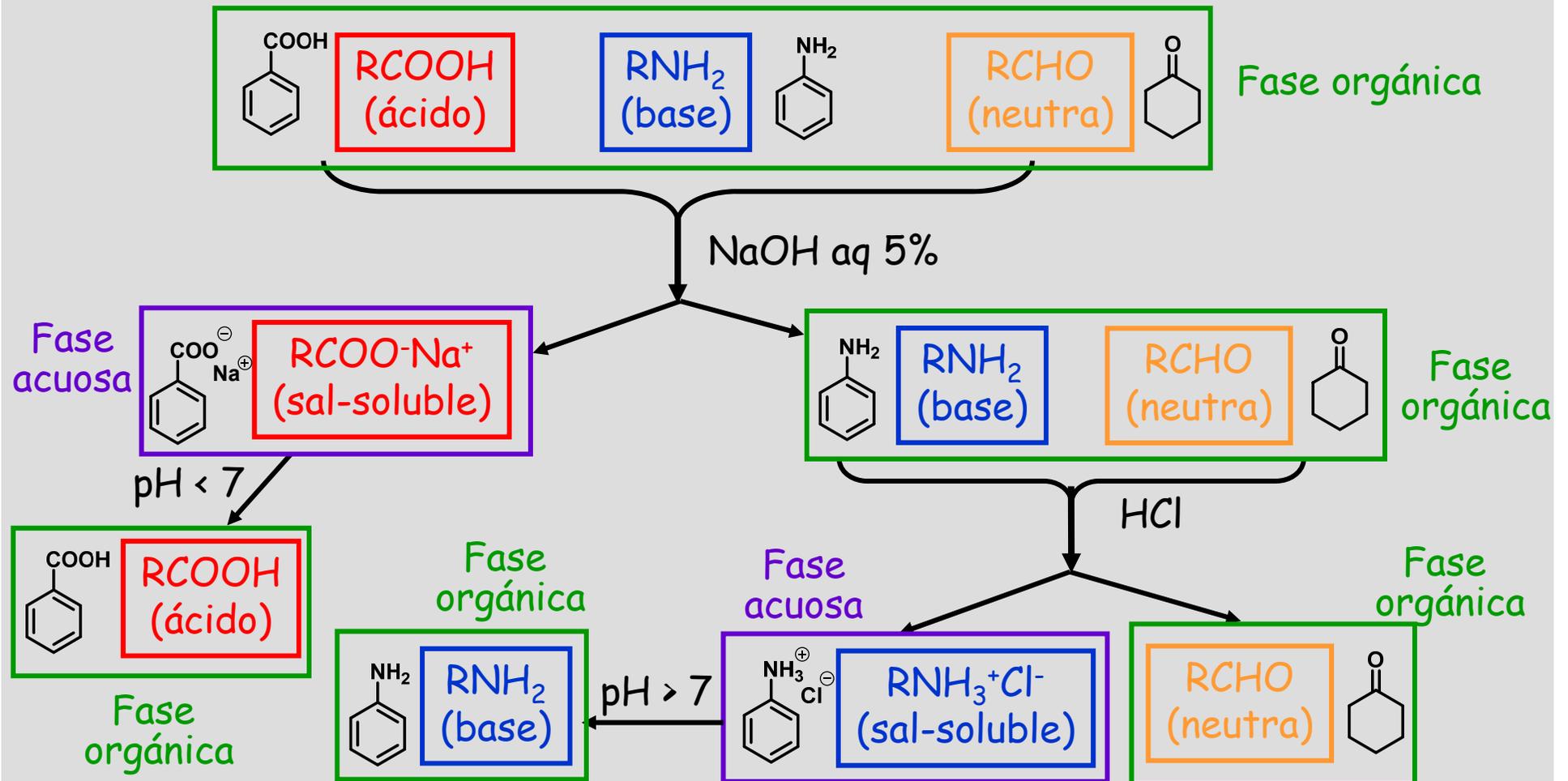
2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO : SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA DE ÁCIDOS, BASES Y SUSTANCIAS NEUTRAS



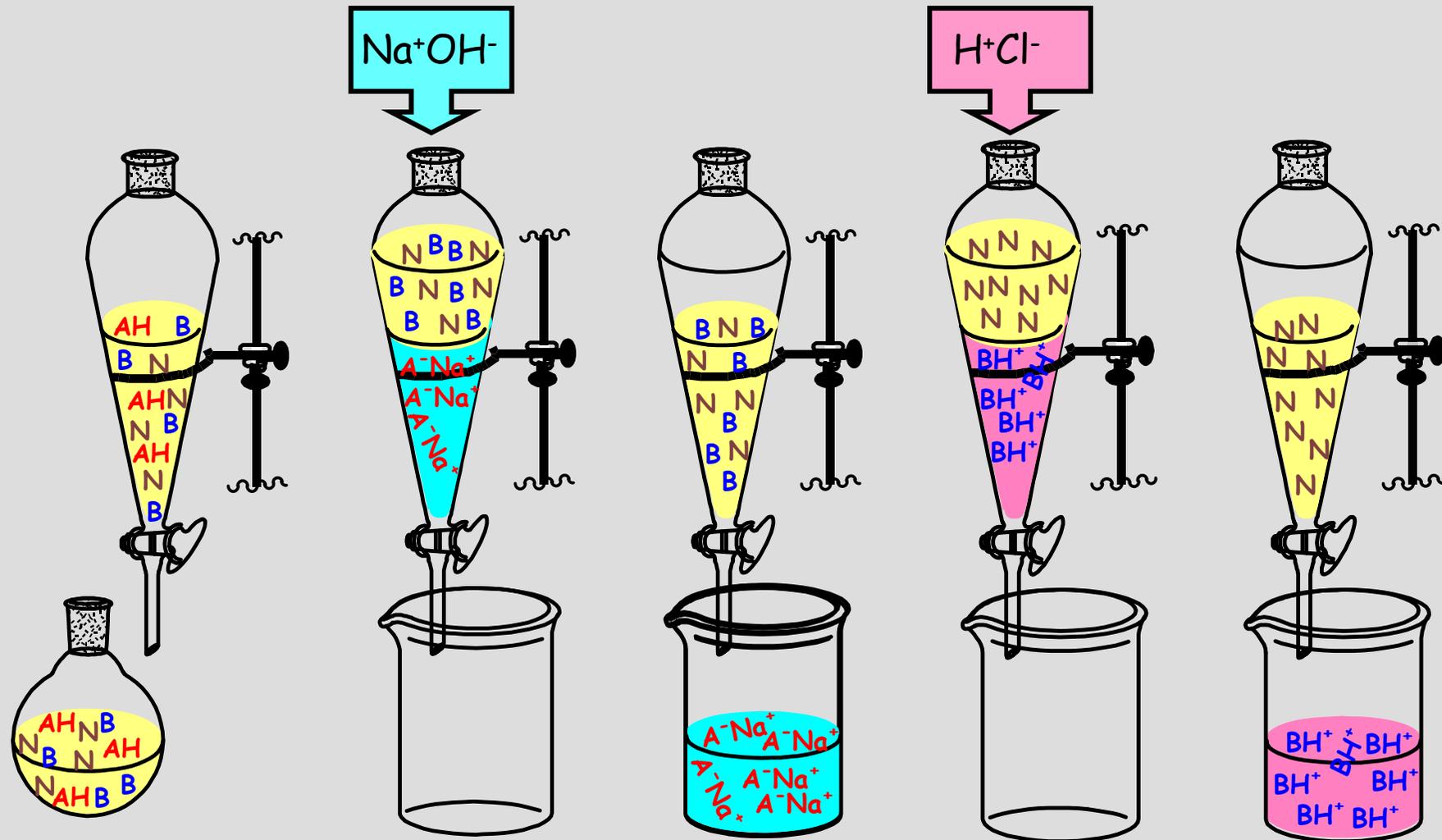
2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO : SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA DE ÁCIDOS, BASES Y SUSTANCIAS NEUTRAS

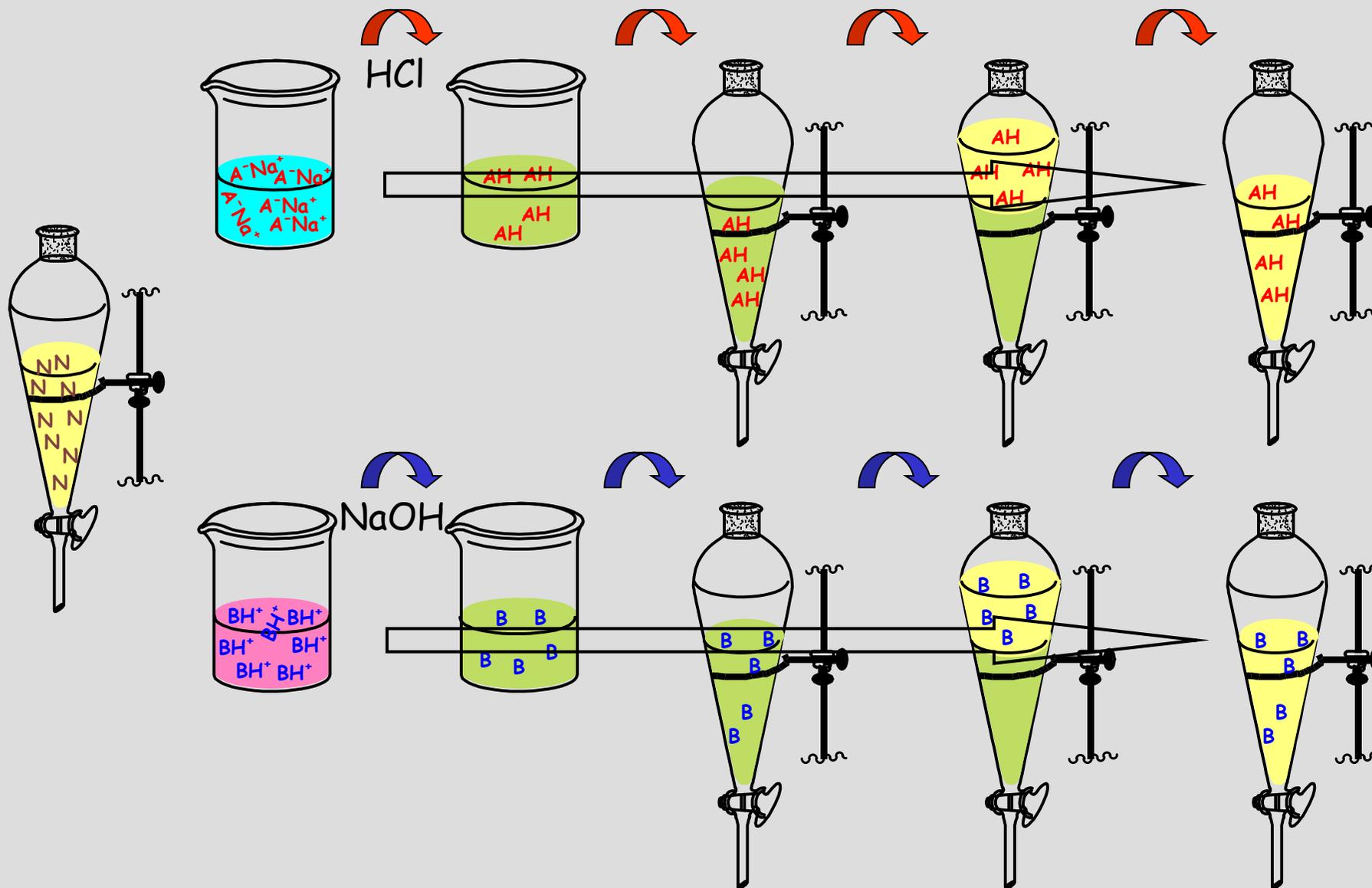


2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

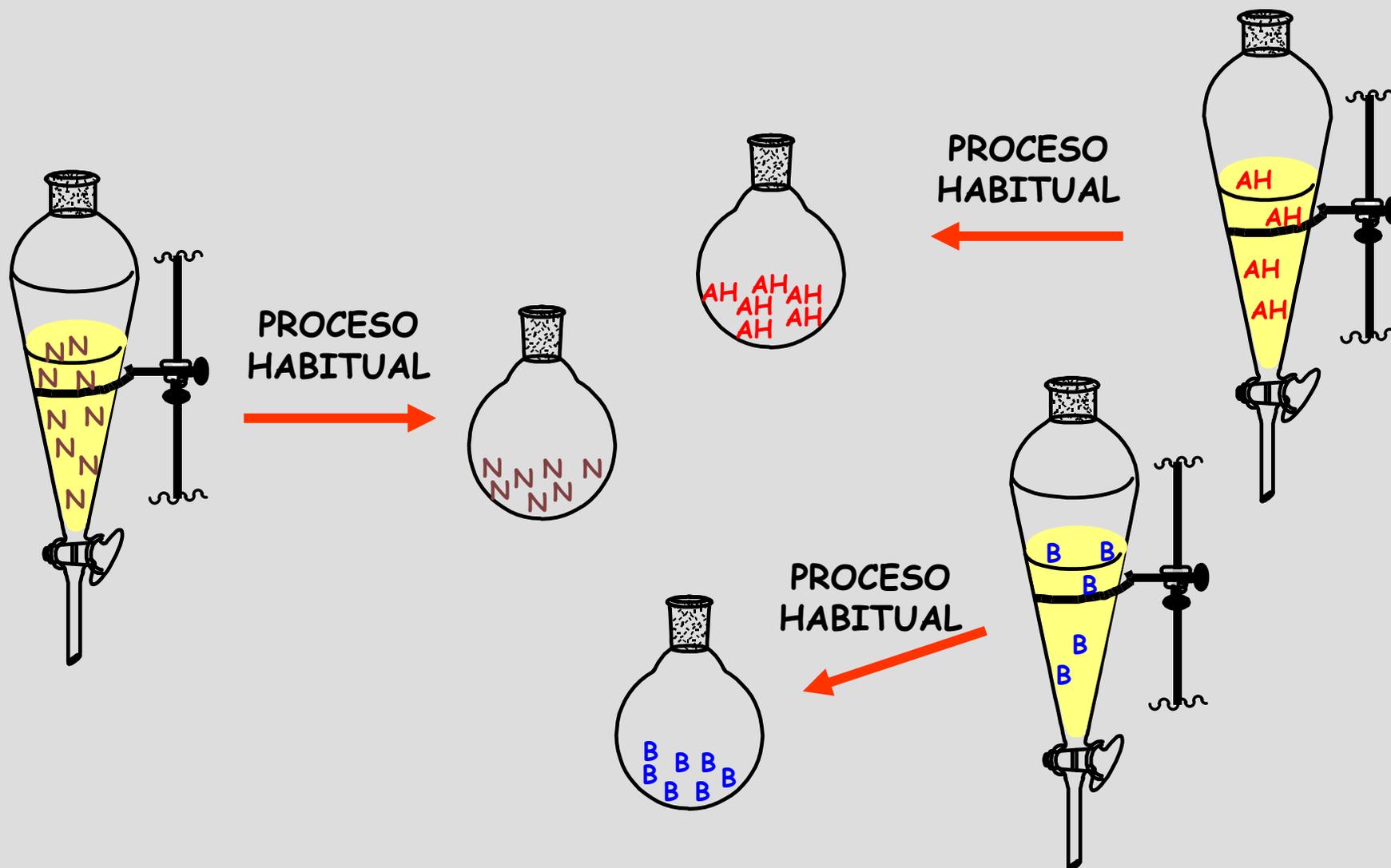
EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO : SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA DE ÁCIDOS, BASES Y SUSTANCIAS NEUTRAS



2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

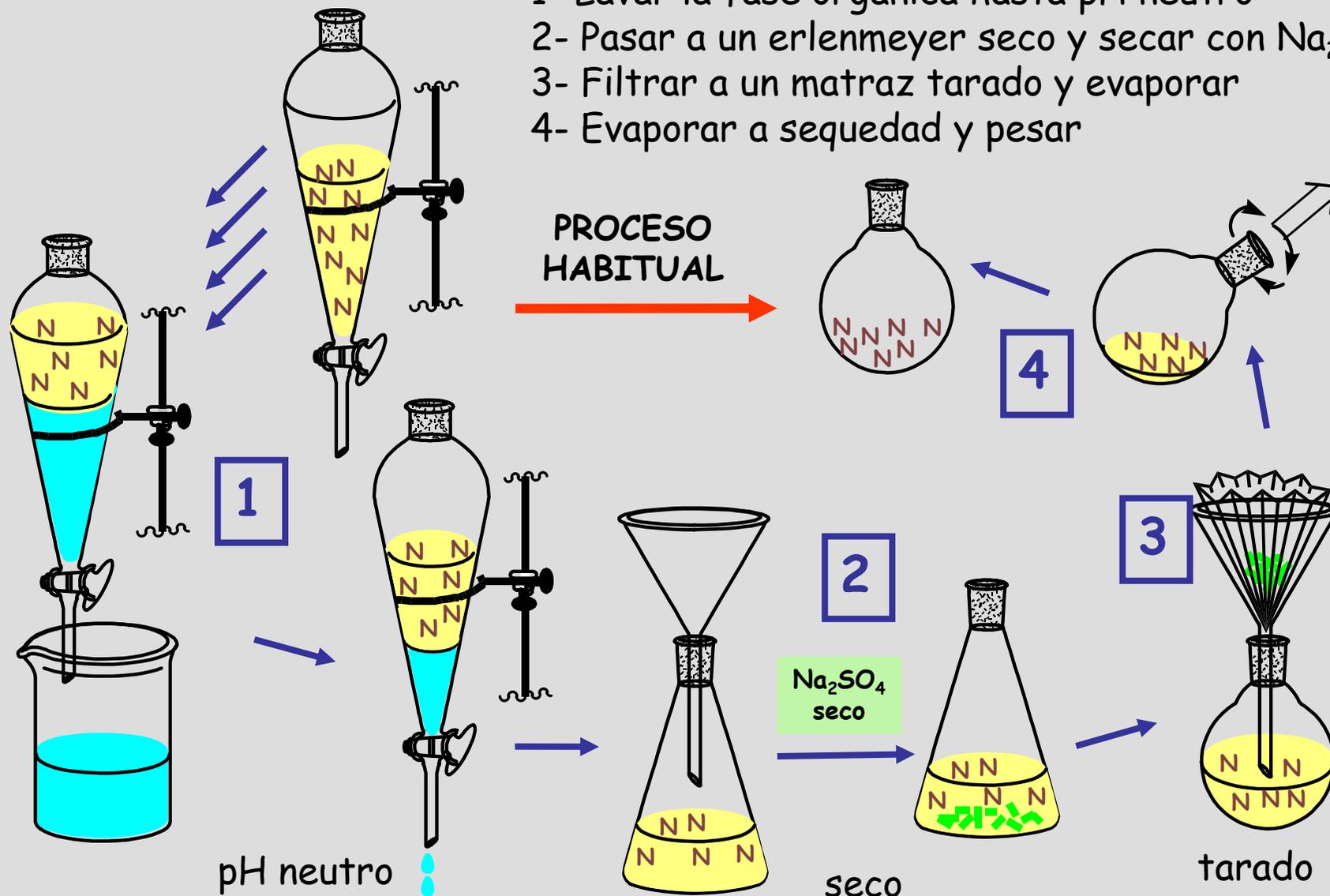


2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS



2-AISLAMIENTO DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

- 1- Lavar la fase orgánica hasta pH neutro
- 2- Pasar a un erlenmeyer seco y secar con Na_2SO_4
- 3- Filtrar a un matraz tarado y evaporar
- 4- Evaporar a sequedad y pesar



3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CRISTALIZACIÓN
DESTILACIÓN
CROMATOGRFÍA

CRISTALIZACIÓN:

Formación de cristales de una forma ordenada, para conseguir que únicamente contengan moléculas de la sustancia cristalizada

Para lograrlo hay que conseguir que se vaya insolubilizando poco a poco, de forma que las moléculas se van organizando.

Se hace partiendo de una disolución saturada en caliente, que pasa a ser sobresaturada a medida que se enfría, ya que los compuestos son menos soluble en frío que en caliente

3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CRISTALIZACIÓN

ELECCIÓN DEL DISOLVENTE

-Disolvente en el que la sustancia a cristalizar sea soluble en caliente e insoluble en frío.

Se añade un poco de disolvente en frío y se calienta, se vuelve a añadir un poco de disolvente y se calienta, así hasta que llega a estar todo disuelto en caliente.

-En caso de que no se pueda conseguir con un solo disolvente, se recurre a mezclas de disolventes, uno en el que sea muy soluble y otro en el que sea poco

En este segundo caso, se disuelve en un poco de disolvente en el que sea soluble, luego se va añadiendo el disolvente en el que sea poco soluble hasta que empieza a insolubilizarse pero se disuelva al calentar.

3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CRISTALIZACIÓN

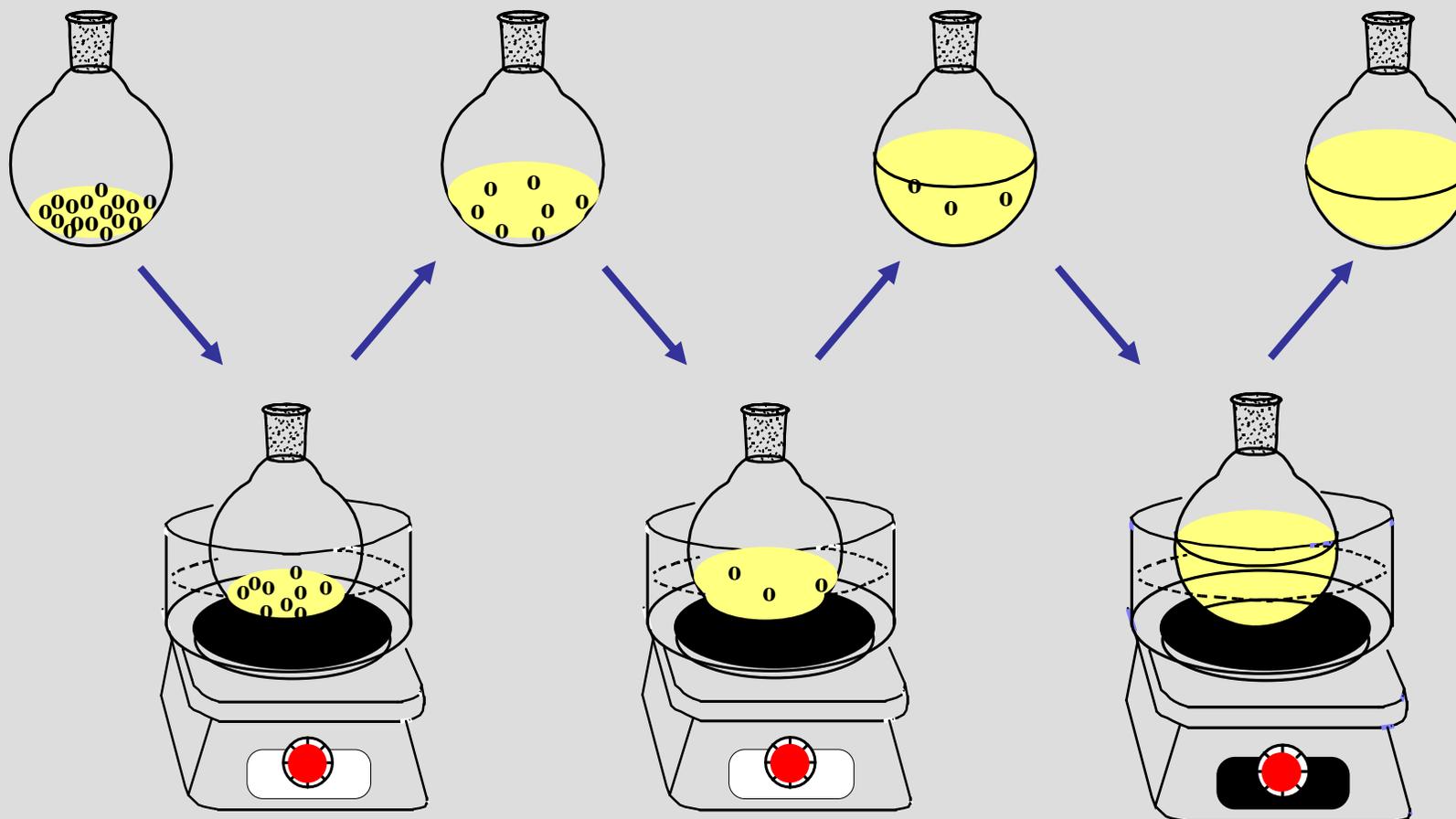
ELECCIÓN DEL DISOLVENTE:

Se toma en consideración la polaridad. Los utilizados más frecuentemente son:

- Hexano
- Éter
- Cloruro de metileno (diclorometano)
- Acetato de etilo
- Etanol
- Metanol
- Agua

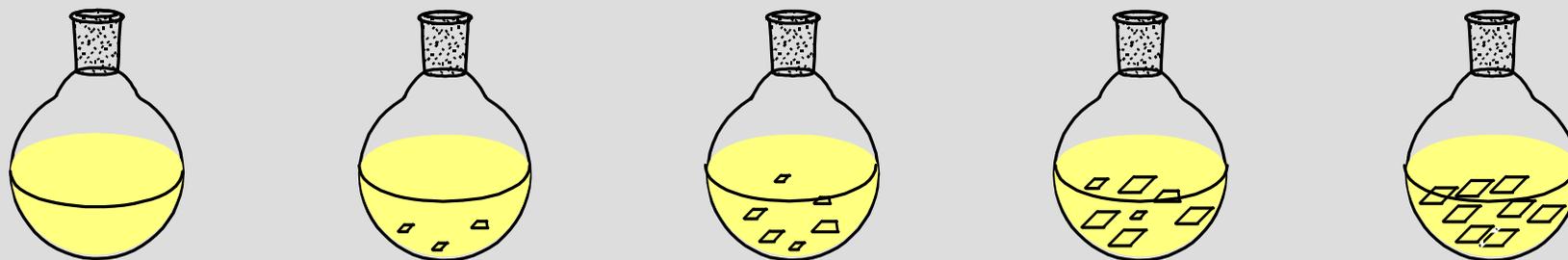
3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CRISTALIZACIÓN



3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CRISTALIZACIÓN



Caliente

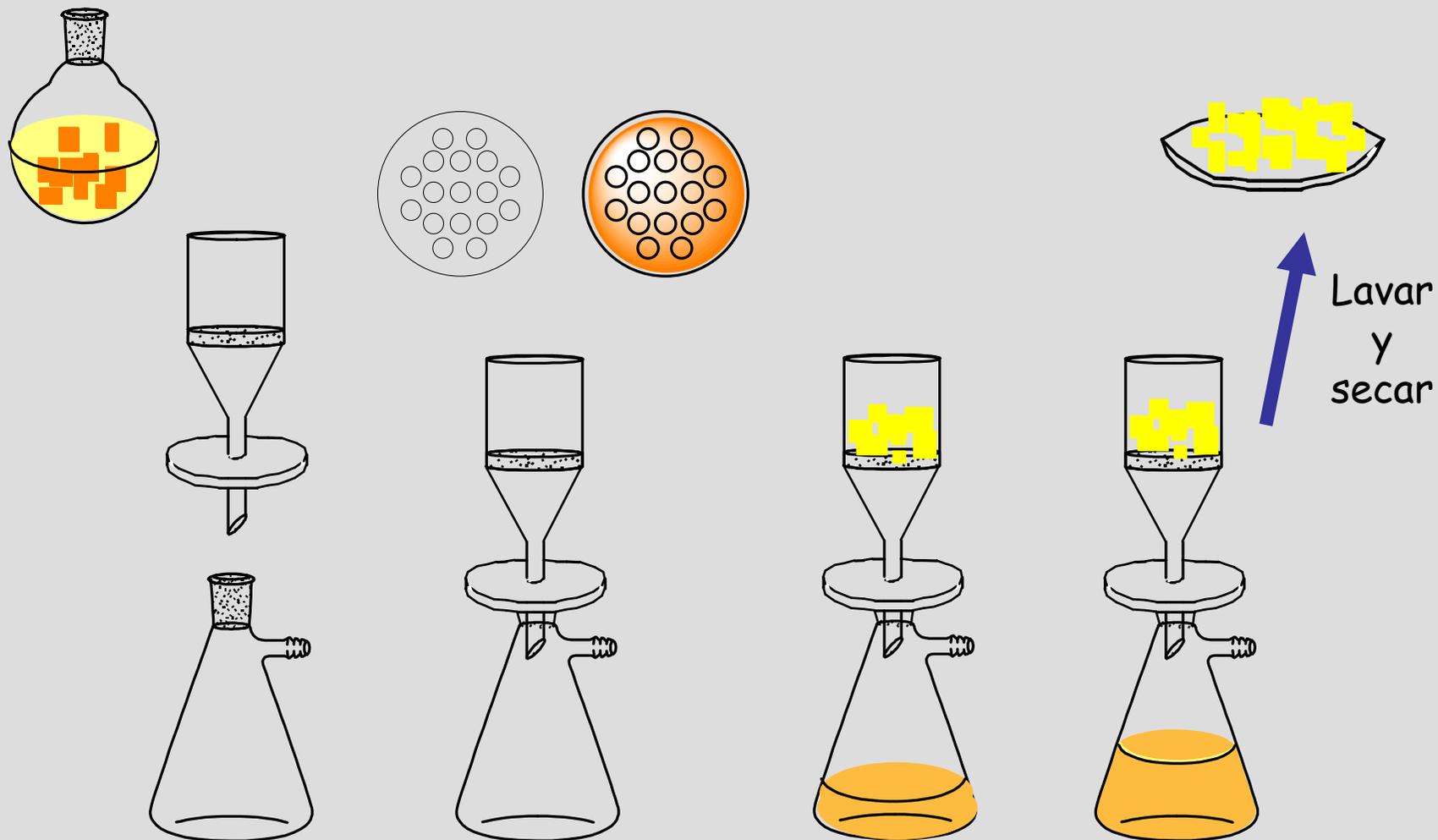
Templado

Frío

Una vez formados los
cristales - separación por
filtración

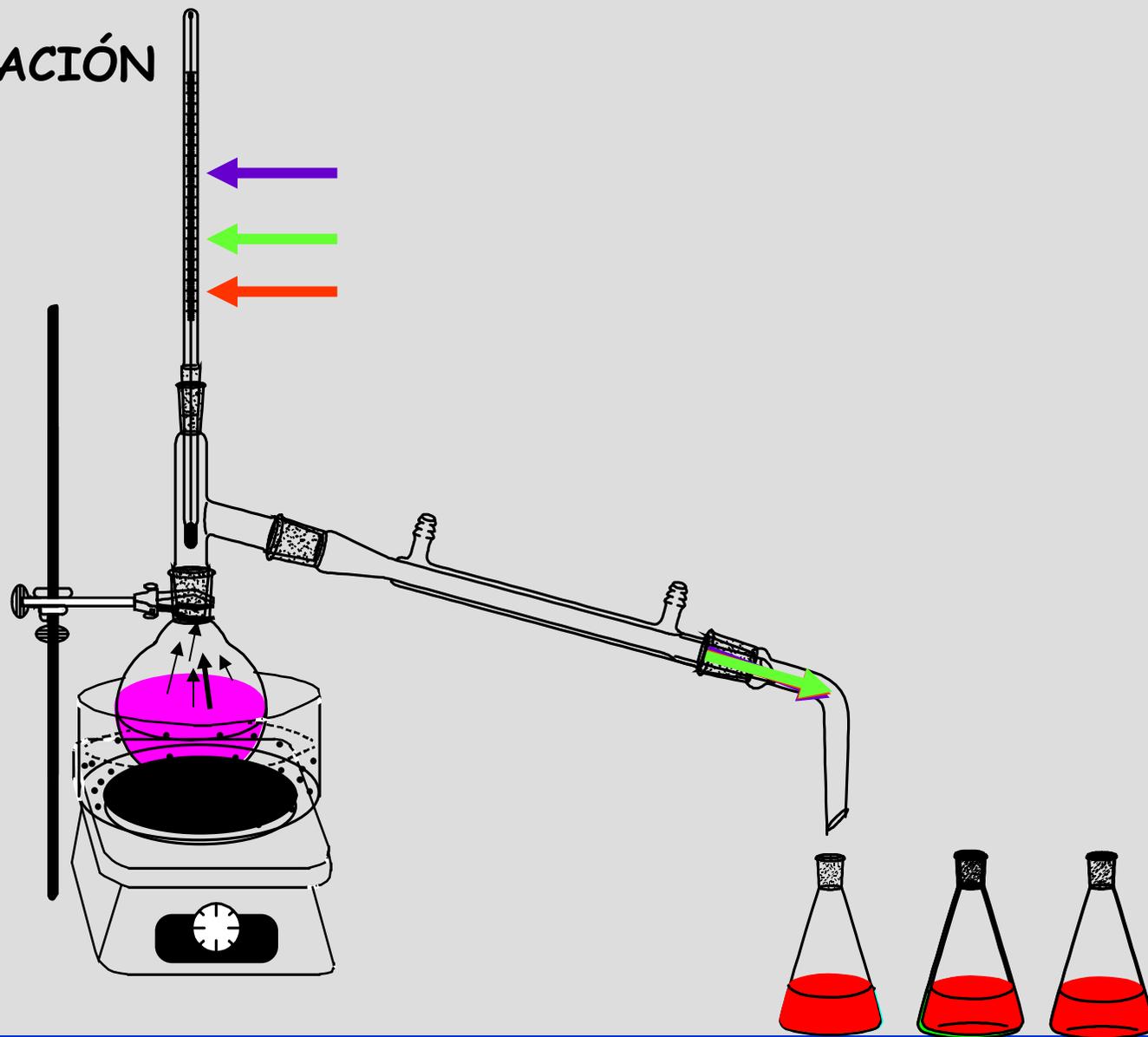
3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

FILTRACIÓN



3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

DESTILACIÓN



1-jul.-21

Prácticas de Química Orgánica -- Seminario de introducción

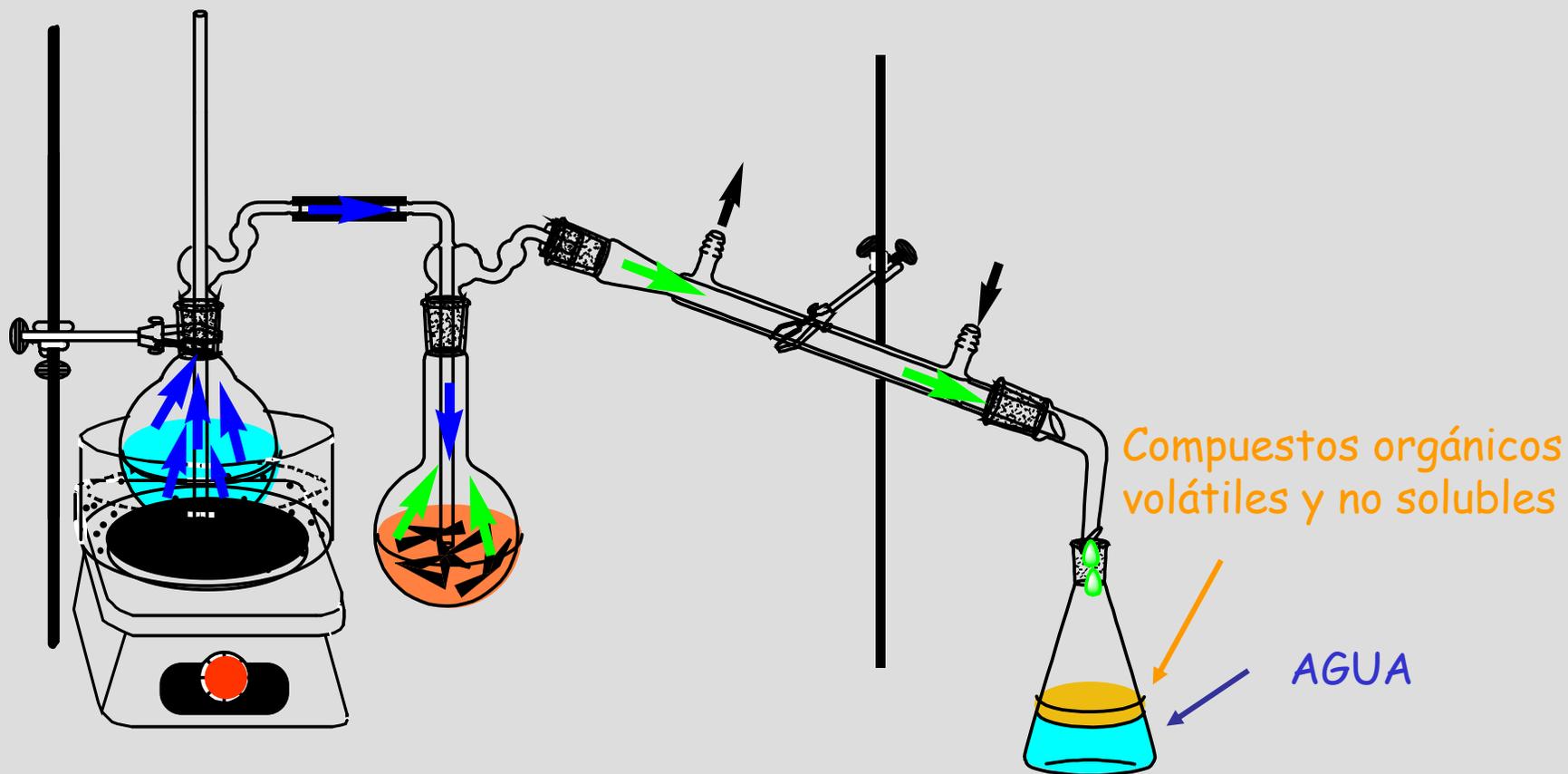
43

Autor: Prof. Manuel Medarde. Departamento de Química Farmacéutica. Facultad de Farmacia. Universidad de Salamanca.

3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

DESTILACIÓN POR ARRASTRE EN CORRIENTE DE VAPOR

$$P(\text{ambiente}) = P(\text{vapor}) = P(\text{vapor agua}) + P(\text{vapor comp. volatiles no sol.})$$



3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CROMATOGRAFÍA

Se basa en la diferente afinidad de los compuestos por una fase estacionaria y una fase móvil

Analítica: Para analizar la composición

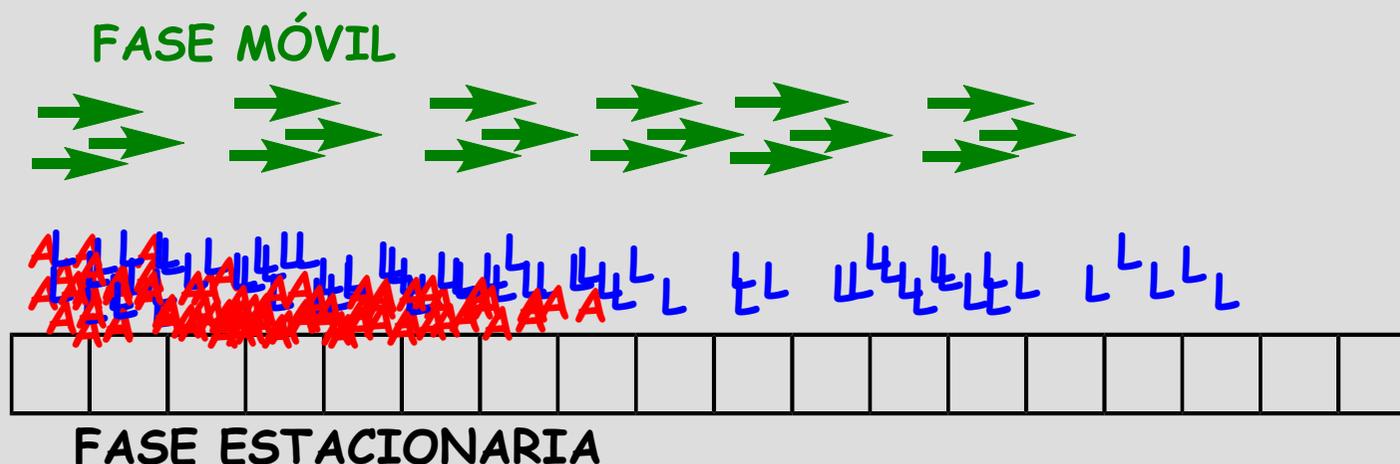
Preparativa: Para purificar una cantidad adecuada de sustancia

Existen muchas posibilidades: gas-líquido, líquido-líquido, líquido-sólido, o por ejemplo en el último caso, capa fina, columna,...

También: naturaleza fase estacionaria, naturaleza fase móvil

3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CROMATOGRAFÍA

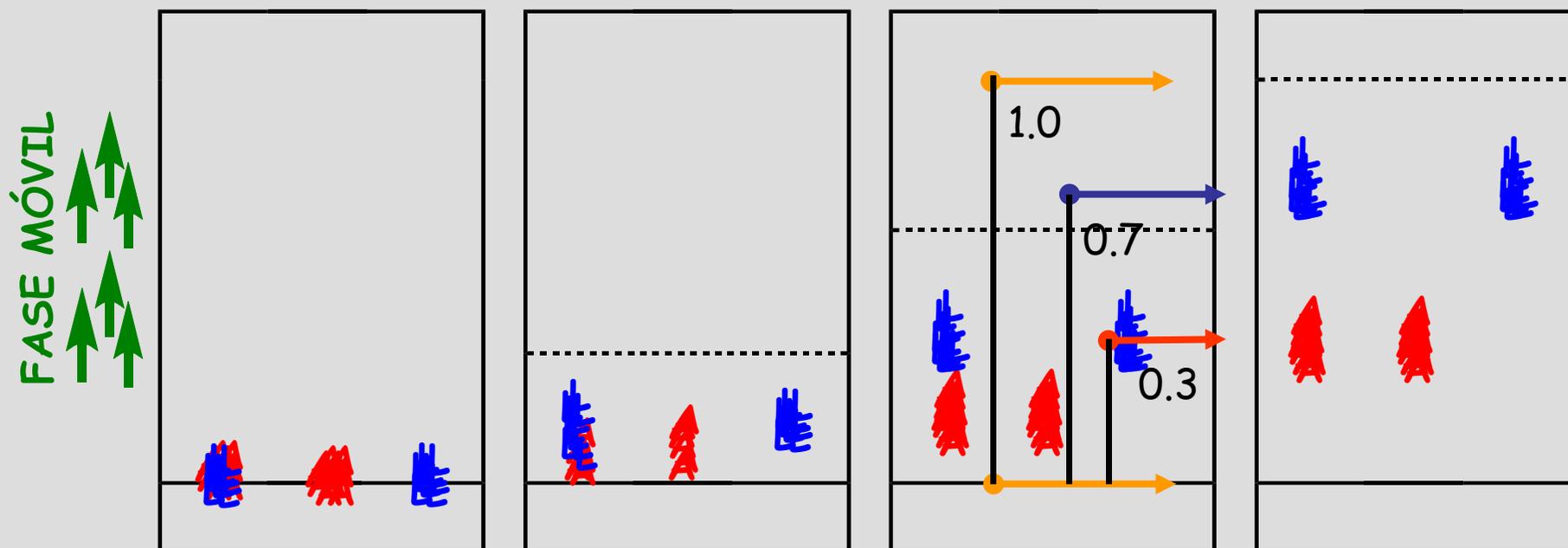


3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA

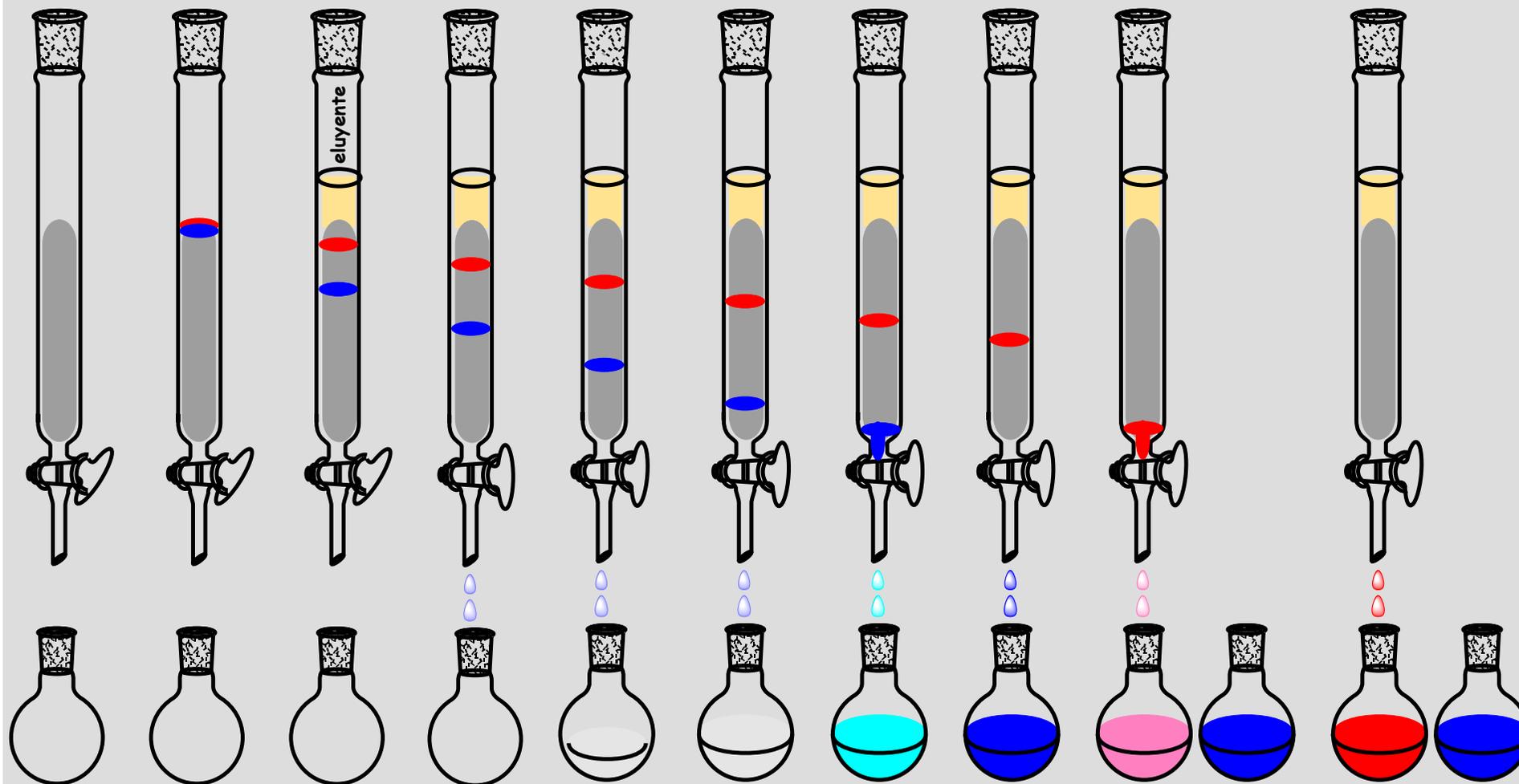
Fase estacionaria: sólido (sílice, alúmina,...)

Fase móvil: Eluyentes polares y poco polares



3-PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA PREPARATIVA



1-jul.-21

Prácticas de Química Orgánica -- Seminario de introducción

48

Autor: Prof. Manuel Medarde. Departamento de Química Farmacéutica. Facultad de Farmacia. Universidad de Salamanca.

4-CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

UNA VEZ AISLADOS Y PURIFICADOS, LOS COMPUESTOS OBTENIDOS (PRODUCTOS DE REACCIÓN) O BIEN LOS COMPUESTOS DESCONOCIDOS DEBEN CARACTERIZARSE O BIEN DETERMINAR SU ESTRUCTURA.

COMPUESTOS CONOCIDOS:

- Mediante comparación directa
- Comparación de propiedades

Por ejemplo: idéntico comportamiento en cromatografía

COMPUESTOS DESCONOCIDOS (O NUEVOS):

- Mediante la determinación estructural, para lo cual debe:
 - ++ Establecerse su fórmula molecular AE, EM
 - ++ Determinar los grupos funcionales presentes IR, RMN
 - ++ Los fragmentos moleculares existentes RMN
 - ++ Establecer la constitución y estereoquímica RMN

Con este propósito se emplean fundamentalmente las técnicas espectroscópicas

Encuesta Seguridad – 2020/21. Curso:.... Asignatura:.....Fecha....
Nombre y apellidos.....D.N.I.....

Cuestión	SI	NO	ns/nc	Poco
¿Con anterioridad, ha realizado prácticas de laboratorio con compuestos orgánicos?				
¿Está familiarizado con la peligrosidad de los compuestos orgánicos?				
¿Conoce las normas de seguridad de manipulación de compuestos químicos?				
¿Hay que tener la bata de laboratorio puesta en todo momento?				
¿Está permitido comer en el laboratorio?				
¿Se puede salir del laboratorio con la bata puesta?				
¿El pelo largo debe tenerse recogido y no puede tenerse suelto cuando se manejan compuestos químicos?				
El uso de las gafas de seguridad ¿es obligatorio en todo momento?				
Los disolventes orgánicos ¿son inflamables?				
Algunos disolventes orgánicos ¿son tóxicos por inhalación?				
Los disolventes orgánicos ¿son cancerígenos?				
¿Conoce alguna sustancia que pueda resultar letal?				
¿Conoce algún compuesto químico que pueda producir quemaduras?				
¿Conoce algún compuesto químico que pueda producir daño severo en la piel?				
¿Conoce algún tipo de compuestos orgánicos que sean explosivos?				
¿Conoce las fichas de datos de seguridad FDS? (MSDS o SDS en inglés)				
¿Sabe donde localizar las fichas FDS?				
¿Ha leído en alguna ocasión la FDS de algún compuesto, reactivo o disolvente?				
¿Reconoce los pictogramas de seguridad de los compuestos químicos?				
¿Sabe que tipo de información contienen las etiquetas de los envases de compuestos químicos?				
¿Sabe si las etiquetas de los compuestos químicos hacen indicaciones sobre el impacto medioambiental?				
¿Conoce la función de las vitrinas de gases?				
Por defecto ¿todas las reacciones deberían llevarse a cabo en la vitrina de gases?				
¿Conoce el modo de actuación que debe seguir en caso de contacto con compuestos químicos?				
¿Conoce los protocolos de actuación en caso de vertido de compuestos químicos?				
¿Conoce lo que debe hacer en caso de salpicaduras o introducción de compuestos químicos en los ojos?				
¿Conoce los procedimientos aconsejables para atajar el fuego en el laboratorio?				
¿Alguna vez ha entrado en la página: http://www.usal.es/oficina-de-prevencion-de-riesgos-laborales de la USAL?				
¿Conoce alguna otra página web con información sobre seguridad en el laboratorio-riesgo químico?				
¿Tiene alguna noción sobre el tipo de legislación existente sobre manejo de compuestos químicos?				
¿Considera que a lo largo de la carrera debería hacerse mayor incidencia sobre el riesgo químico?				
¿Considera que los temas de seguridad química son necesarios en los estudios de farmacia?				
Proponga alguna cuestión o tema adicional sobre el tema de seguridad:				



EVALUACIÓN PRÁCTICAS QUÍMICA ORGÁNICA II. Grupos 1 a 4.

Nombre y Apellidos:

DNI:

Nº de asiento:

1. Indica el material de protección necesario para estar en el laboratorio

2. ¿qué se debe hacer ante una salpicadura de un compuesto químico?

3. Nombra el siguiente material e indica para qué se utiliza en el laboratorio:



4. Indica todos los pasos necesarios para preparar una disolución 300 mL de Hidróxido sódico al 4 %.

5. Partiendo de 1,0 gramos de 2,4-pentanodona y 0,75 gramos de clorhidrato de hidracina, se han obtenido 0,80 gramos de 3,5-dimetilpirazol. ¿Cuál ha sido el rendimiento de la reacción?

6. En la preparación de la 4-metil 7-hidroxicumarina, ¿con qué finalidad se vierte la mezcla de reacción sobre hielo picado?