

EJE TEMÁTICO:

3- Enseñanza de temas de Química Orgánica y Química Biológica:

PEQUEÑAS SECUENCIAS SINTÉTICAS: RESOLUCIÓN DE PROBLEMAS DE QUÍMICA ORGÁNICA ANALÍTICA Y SINTÉTICA COMO INTEGRADORES PARA EL ÚLTIMO AÑO DE LABORATORIO DE GRADO.

Leandro J. Trupp¹ y Andrea C. Bruttomesso^{1,*}

UMYMFOR – Dto. de Química Orgánica, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. Buenos Aires, Argentina. C1428EGA.

E-mail: aachiocc@qo.fcen.uba.ar.

Análisis Funcional Orgánico es una materia de experimentación en Química Orgánica, del último año de grado que tiene como objetivo, el análisis de diferentes tipos de muestras aplicando los principios de la Química Analítica Orgánica. La inclusión de problemas de tipo sintético, ausentes hasta el momento, permitirá mejorar la integración de los conceptos adquiridos en los cursos previos.

Palabras clave: Secuencia sintética, Análisis espectroscópico, Análisis cromatográfico.

Introducción y objetivos.

La química analítica proporciona los métodos y las herramientas necesarias para la comprensión de nuestro mundo material. Las preguntas básicas acerca de una muestra son: ¿Cuántas sustancias contiene la muestra?, ¿La muestra contiene la sustancia X?, ¿Qué cantidad de X hay en la muestra?, ¿Cómo puede separarse X de la matriz que la contiene?, ¿Cuál es la identidad/estructura de X? Las herramientas para dar respuestas a estas preguntas son la base de la química analítica: detección, cuantificación, separación e identificación [1]. Uno de los problemas analíticos más importantes para el profesional químico es el seguimiento de una secuencia sintética. El OBJETIVO GENERAL de este trabajo es proponer un ejemplo para la inclusión de este tipo de problemas analíticos en la materia Análisis Funcional Orgánico dirigidos a integrar en un laboratorio práctico los conocimientos adquiridos.

Descripción de la propuesta educativa.

La inclusión de este tipo de problemas dentro de una materia experimental del último año de grado, como es Análisis Funcional Orgánico, supone que el estudiante posee una base sólida de química general y de química orgánica, así como de técnicas en experimentación química.

Las COMPETENCIAS ESPECÍFICAS previas requeridas son: Cognitivas (Saber): 1. Conocer las técnicas experimentales habitualmente empleadas en el laboratorio de Química Orgánica. 2. Conocer los procedimientos habituales de obtención y transmisión de la información experimental. Procedimentales/Instrumentales (Saber hacer): 3. Interpretar el sentido de los procedimientos experimentales en función de los objetivos perseguidos. 4. Explicar de manera comprensible fenómenos y procesos en relación con las teorías propias de la Química Orgánica. 5. Aplicar las técnicas analíticas conocidas a la evaluación del transcurso de una reacción. 6. Aplicar las técnicas separativas conocidas a la purificación de un producto de reacción. 7. Aplicar las técnicas analíticas y espectroscópicas conocidas a la identificación de un producto de reacción. 8. Evaluar los riesgos relativos al uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio utilizados. Actitudinales (Ser): 9. Capacidad para reconocer e implementar las buenas prácticas científicas. 10. Capacidad para trabajar en equipo. 11. Capacidad para actuar de forma ética.

Los OBJETIVOS ESPECÍFICOS que este tipo de problemática intenta alcanzar son. 1. Perfeccionamiento del alumno en las técnicas de laboratorio de Química Orgánica. 2. Conseguir un

modelo de trabajo organizado, riguroso y respetuoso con el ambiente. 3. Introducción en el uso de técnicas de laboratorio avanzadas. 4. Aumentar la capacidad de decisión acerca de los procedimientos y/o ensayos necesarios en la resolución de un problema sintético o analítico. 5. Transmitir el sentido de una síntesis multietapa, comprendiendo el sentido de las transformaciones singulares dentro del esquema general. 6. Proporcionar un método de trabajo avanzado, lo más parecido al trabajo de investigación dentro de la disciplina de Química Orgánica. 7. Profundizar en el conocimiento de las diferentes espectroscopías, y su aplicación a casos concretos en química. 8. Adiestrar en el manejo de la instrumentación relacionada con las técnicas separativas y espectroscópicas, incluyendo la preparación de muestras. 9. Capacitar en la confección de informes con estructura análoga a la utilizada en las publicaciones científicas.

Las distintas ETAPAS DE ANÁLISIS involucradas en el caso particular del seguimiento de una secuencia sintética pueden resumirse en las siguientes:

- a) Búsqueda bibliográfica dirigida.
- b) Lectura y análisis de la bibliografía más relevante.
- c) Análisis de la metodología sintética más adecuada para alcanzar el objetivo. Esta etapa incluye el control de pureza e identidad de materias primas y solventes. La purificación, secado y nuevo control de los mismos. Diseño sintético.
- d) Desarrollo de la secuencia sintética utilizando diferentes técnicas sintéticas, que pueden incluir por ejemplo:
 - i) Desarrollo de reacciones a temperatura variable (-78°C hasta +200°C) utilizando métodos convencionales y/o horno de microondas, irradiación de ultrasonidos, etc.
 - ii) Seguimiento de la reacción por métodos cromatográficos y/o espectroscópicos, seleccionando los métodos analíticos adecuados. Analizando el número de componentes durante su progreso y determinación del punto final de la misma.
 - iii) Procesado de reacción, aplicando los métodos separativos y de purificación adecuados.
 - iv) Caracterización de los productos, determinando sus constantes físicas y espectroscópicas. Determinando las estructuras de los productos obtenidos por métodos químicos y espectroscópicos.
 - v) Cálculo del rendimiento de cada etapa.
- e) Discusión de los resultados alcanzados. Propuestas de modificaciones para maximizar el rendimiento.
- f) Elaboración del informe y preparación de una presentación pública.

La TRANSFORMACIÓN PROPUESTA como ejemplo, se muestra en la Figura 1 y presenta la obtención de un derivado con un grupo N,N-bis(2-etoxi-2-oxoetil)amino a partir del ácido 4-nitrobenzoico en. Este tipo de compuestos son muy importantes como ligandos en la química macromolecular de sensores [2].

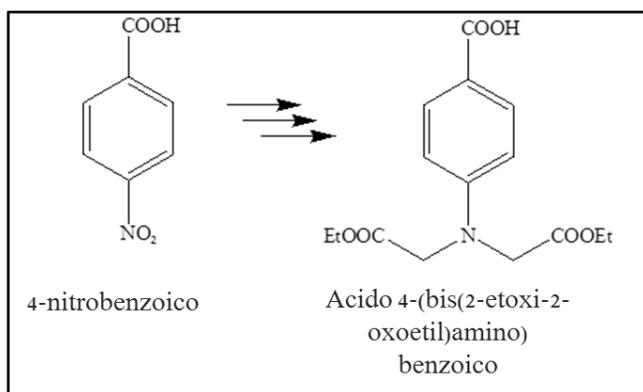


Figura 1: Transformación propuesta

La SECUENCIA SINTÉTICA, presentada en la **Figura 2**, ha de ser propuesta por el alumno y discutida con los docentes e involucra la aplicación de conocimientos como: 1. Reacciones ácido-base. 2. Transformaciones básicas de grupos funcionales. 3. Reacciones básicas de formación de uniones C-C. 4. Elementos en la utilización de grupos protectores.

Se dispone de las condiciones cromatográficas de análisis y purificación así como de todos los espectros de RMN para la realización de todas las etapas mencionadas anteriormente.

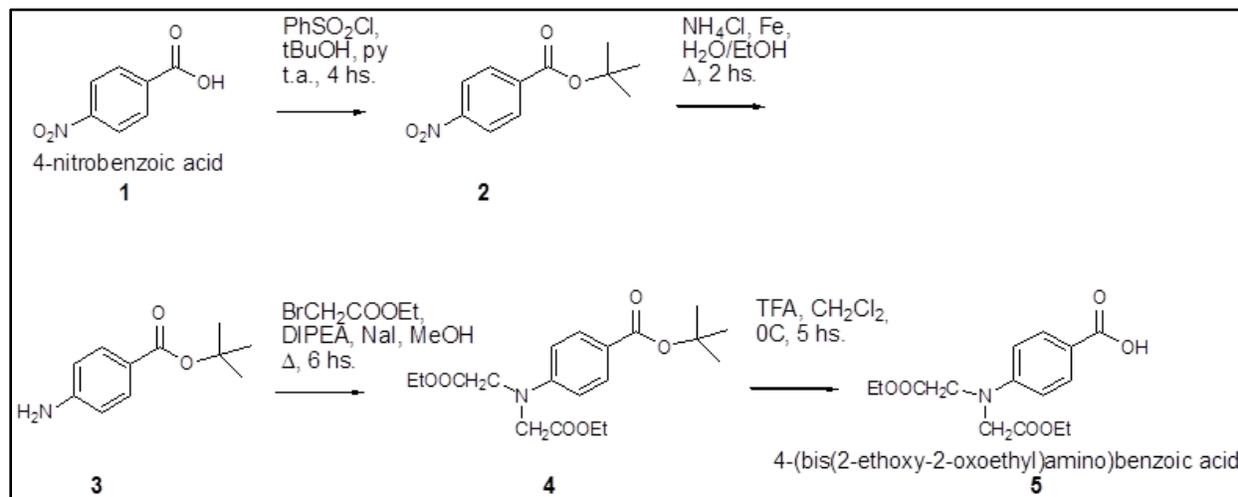


Figura 2: Secuencia sintética propuesta

Condiciones CCD: con AcOEt, 2: Rf= 0,9; 1: Rf= 0,1.
 con hex-AcOEt 7:3 3: Rf= 0,55; 2: Rf= 0,8; 4: Rf= 0,6;
 con hex-AcOEt 6:4 5: Rf= 0,4; 4: Rf= 0,7.
 Revelado UV y Verde de Bromocresol para los ácidos
 Ensayos positivos aminas primarias y ésteres

Expectativas de la propuesta y/o evaluación de la misma.

El problema sintético/analítico propuesto puede ser llevado a cabo en tres semanas de trabajo incluyendo tanto la búsqueda bibliográfica inicial, el trabajo experimental, la discusión posterior y la presentación pública.

Conclusiones.

Es importante mencionar que la inclusión de este tipo de problemática en la materia Análisis Funcional Orgánico, ausente hasta el momento, permitirá además del perfeccionamiento del alumno en las técnicas de laboratorio de Química Orgánica, la integración de todos los tópicos experimentales estudiados a lo largo de las primeras materias.

Referencias bibliográficas:

- [1] W. Fresenius, *J. Anal. Chem*, 343 (1992). 812-813.
 [2] L. Kong, Y. Tian, X. Tao, *Sensors and actuators B: Chemical*, 77, (2013) 218-223.