

## **TITULACIÓN: LICENCIADO EN QUÍMICA (Plan 1999)**

**DEPARTAMENTO/S:** QUÍMICA ANALÍTICA, QUÍMICA FÍSICA, QUÍMICA INORGÁNICA Y QUÍMICA ORGÁNICA.

**CÓDIGO DE ASIGNATURA:** 37499025

**NOMBRE DE LA ASIGNATURA:** EXPERIMENTACIÓN QUÍMICA

**CARÁCTER DE LA ASIGNATURA:** TRONCAL, 4º

**NÚMERO DE CRÉDITOS:** 20 créditos, 5créditos/dpto

### **DESCRIPTORES:**

LABORATORIO INTEGRADO PARA LA RESOLUCIÓN DE PROBLEMAS ANALÍTICOS CONCRETOS. APLICACIÓN AL ESTUDIO DE PROBLEMAS CLINICOS, AGROALIMENTARIOS, TOXICOLÓGICOS, AMBIENTALES E INDUSTRIALES.

*INTEGRATED LABORATORY FOR ANALYTICAL PROBLEMS RESOLUTION. ANALYSIS OF CLINICAL, AGROALIMENTARY, TOXICOLOGICAL, ENVIRONMENTAL AND INDUSTRIAL SAMPLES*

### **PROGRAMA:**

La asignatura consta de cuatro bloques de prácticas, de cinco créditos cada uno, que se desarrollarán en los Departamentos de Química Analítica, Química Física, Química Inorgánica y Química Orgánica.

#### **Química Analítica**

1. Determinación de mezclas mediante análisis multicomponente y espectrofotometría ultravioleta
2. Determinación de selenio en alimentos mediante absorción atómica con generación de hidruros
3. Determinación de ácidos grasos en posición *trans* en margarinas por espectroscopía IR con transformada de Fourier
4. Determinación del índice de refracción y de ácidos grasos en aceites vegetales por cromatografía de gases
5. Determinación de etanol en cerveza (o vino) utilizando un biosensor amperométrico
6. Determinación de cadmio y plomo en alimentos por voltamperometría de redisolución anódica.
7. Determinación de glucosa por inyección en flujo con detección espectrofotométrica, utilizando glucosa oxidasa inmovilizada
8. Determinación de pH, conductividad, fosfato y potasio en muestras de suelo
9. Determinación fluorimétrica de vitamina B<sub>3</sub> (tiamina) en preparados farmacéuticos
10. Determinación de atrazina y sus productos de degradación en muestras de agua y de suelo, mediante cromatografía líquida de alta eficacia con detección ultravioleta
11. Determinación de nitrógeno proteico en harina mediante el método de Kjeldahl.

## Química Física

### 1.- Determinación de la Tensión Superficial de Líquidos y Disoluciones.

Objetivo: Medida experimental de tensiones superficiales por la técnica de presión de burbuja. Estudio de disoluciones de distintos alcoholes e interpretación teórica en términos de la isoterma de Gibbs. Medida experimental de la concentración micelar crítica (CMC) del tensioactivo dodecil sulfato sódico (SDS), aprendizaje de conceptos y modelos básicos relacionados con la formación de agregados micelares.

### 2.- Modelización Molecular

Objetivo: Utilización de métodos semiempíricos y “Ab Initio” (Paquete Hyperchem). Optimización de la geometría molecular y cálculo de la energía. Obtención de propiedades moleculares. Espectros teóricos de vibración y electrónico.

### 3.- Espectrofotometría ultravioleta-visible, determinación de coeficientes de Einstein. Espectrofotometría infrarroja.

Objetivo: Medida experimental de espectros ultravioleta-visible de disoluciones de moléculas con enlaces conjugados, obtención de coeficientes de extinción. Cálculo de coeficientes de Einstein y utilización de modelos simples (FEMO). Cálculo teórico de los espectros UV-Vis. Medida experimental de espectros infrarrojos de gases, líquidos y sólidos. Análisis e interpretación de los espectros. Cálculo teórico de los espectros IR

### 4.- Caracterización viscosimétrica de un polímero en disolución.

Objetivo: Síntesis y caracterización viscosimétrica de un polímero en disolución. Determinación de la masa molecular y dimensiones características. Simulación de conformaciones.

## Química Inorgánica

### I.-Preparación y caracterización de sólidos inorgánicos

- 1.- Síntesis y caracterización estructural de la familia de óxidos  $(\text{CaMnO}_3)(\text{CaO})_n$   
 $n=0, 1/2, 1$
- 2.- Preparación, caracterización estructural y estudio de las propiedades magnéticas de los óxidos  $\text{RCrO}_4$  (R=tierra rara)
- 3.- Preparación y caracterización de las zeolitas tipo A, X o K-F.
- 4.- Preparación de óxidos mixtos de hierro y tierras raras con estructura tipo granate. Estudio de sus propiedades magnéticas.
- 5.- Síntesis y caracterización estructural y óptica de nanopartículas de ZnO
- 6.- Preparación y estudio de superconductores cerámicos: YBACUO

### II.-Métodos de síntesis, y estudio de la reactividad en compuestos de coordinación y organometálicos

- 1.- Métodos especiales de síntesis: técnicas de vacío y atmósfera inerte,
- 2.- Aplicación de la Química de Coordinación a la síntesis orgánica: el “efecto plantilla” en la síntesis de macrociclos.
- 3.- Preparación y estudio de compuestos de coordinación y organometálicos

## Química Orgánica

- 1.-Medida de la Polaridad de Disolventes. Efectos Solvatocrómicos.
- 2.-Adición de Michael y Anelación de Robinson Enantioselectiva
- 3.- Reacción de Diels-Alder regioselectiva. Síntesis de  $\alpha$ -Terpineol
- 4.- Síntesis Diastereoespecífica de un Epóxido
- 5.- Introducción a la Modelización Molecular

## BIBLIOGRAFÍA:

### Química Analítica

- V. L. McDevitt, A. Rodríguez, K. R. Williams; *J. Chem. Education* 75 (5), 1998
- M. Pinta; *"Modern Methods for Trace Element Analysis"*, Ann Arbor Science
- L. Ebdon, A. Fisher, S.J. Hill; E.H. Evans (Editor) *"An introduction to Analytical Atomic Spectrometry"* Wiley, 1998
- L. Ximenez Herraiz *"Espectroscopía de Absorción Atómica"*, Publicaciones Analíticas, 1980
- G. A. Cutter, *Science*, 217, 1982, 829
- *American Oil Chemists; AOAC Official Methods of Analysis* (1990), 965.34-
- *American Oil Chemists AOAC Official Methods Of Analysis* (1990), 985.21
- J. M. Pingarrón y P. Sánchez Batanero *"Química Electroanalítica: Fundamentos y aplicaciones"*. Ed. Síntesis. Madrid, 1999.
- H. A. Mottola; *Analyst*, 112, 1987, 719
- G. G. Guilbault; G. I. Lubrano; *Anal. Chimica Acta* 64, 1973, 439
- D. R. Thevenot; R. Sternberg, P. R. Coulet, J. Laurent y D. C. Bauthoron; *Analytical Chemistry*; 51, 1, 1979, 96
- M. Masoom y A. Townshend; *Anal. Chimica Acta* 166, 1984, 111
- E. Serrano, E. Beceiro, P. López y D. Prada, *Química Analítica* 15, 1996, 38
- D. Rodríguez, P. Fernández, C. Pérez Conde, A. Gutiérrez y C. Cámara; *Fresenius J. Anal. Chem.* 349, 1994, 442-446
- I. I. Alekseeva, L. P. Ruzinov, E. G. Khechuryan y L. M. Chemysvoo; *Zh. Analit. Khim.* 35, 1980, 60
- C. M. Wolff y J. P. Schwing, *Bull. Soc. Chim. France*, 1976, 679
- *"Métodos Oficiales de Análisis"* AMV ediciones, Mundi-Prensa, 1994.
- Colin Watson (Editor) *"Official and standardized methods of analysis"*. Third Edition, (Royal Society of Chemistry), 1994
- Reglamentación Técnico Sanitaria para el abastecimiento y control de calidad de las aguas. Real Decreto 1138/1990 del 14 de Septiembre

### Química Física

- A.W. Adamson, *"Physical Chemistry of Surfaces"*, John Wiley & Sons, 5ª edición 1990.
- D.P. Shoemaker, C.W. Garland, J.W. Nibler, *"Experiments in Physical Chemistry"*, McGraw-Hill, 5ª edición, 1989
- I. Levine, *"Química Cuántica"*, Editorial AC. 1977
- P.W. Atkins, R.S. Friedman, *"Molecular Quantum Mechanics"*, 3<sup>rd</sup> Edition. Oxford University Press. 1997.
- Hyperchem Computational Chemistry, Hypercube, Inc. 1996
- I. Levine, *"Espectroscopía Molecular"*, Editorial AC, 1980 (trad.)
- D.P. Shoemaker, C.W. Garland, J.W. Nibler, *"Experiments in Physical Chemistry"*, McGraw-Hill, 5ª edición, 1989.
- A.M. Halpern, *"Experimental Physical Chemistry"*, Prentice Hall, 2<sup>nd</sup> Ed., 1997.
- A.Horta Zubiaga, *"Macromoléculas"*, UNED, 1982

- D.P. Shoemaker, C.W. Garland, J.W. Nibler, “*Experiments in Physical Chemistry*” McGraw-Hill, 5ª edición, 1989

### Química Inorgánica

- J.E. Hueheey y col., “*Inorganic Chemistry. Principles of Structure and Reactivity*”. Ed Harper Collins. 4º ed 1997.
- A.B.P. Lever, “*Inorganic Electronic Spectroscopy*”, Ed. Elsevier Science Publisher B.V., 1984
- K. Nakamoto, “*Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*”, Ed. J. Wiley & Sons, 1986
- E. Prestsch y col., “*Tablas para la elucidación estructural de compuestos orgánicos por métodos espectroscópicos*”, Ed. Alhambra, 1994
- A.R. West, “*Solid State Chemistry and its Applications*”, Ed. John Wiley & Sons, 1994
- A.H. Morrish, “*The Physical Principles of Magnetism*”, R.E. Krieger Ed.,1980
- L. Smart y E. Moore, “*Solid State Chemistry. An Introduction*”, Chapman & Hall, Third edition, 2005
- U. Muller, “*Inorganic Structural Chemistry*”, Wiley Publishers, 1994
- A.F. Wells, “*Structural Inorganic Chemistry*”, 5ª ed., Clarendon Press, 1984
- A.K. Cheetham y Day “*Solid State Chemistry Techniques*”, Clarendon Press, 1988
- E.A.V. Ebsworth, D.W.H. Rankin y S. Cradock, “*Structural Methods in Inorganic Chemistry*”, 2ª ed., Blackwell Scientific Publications, 1991
- C.N.R. Rao and B.Raveau , “*Transition metal oxides*”, Wiley-VCH, 1998

### Química Orgánica

- March en “*Advanced Organic Chemistry*”. 4<sup>th</sup> edition. Edt. John-Wiley and sons, Inc. New York, USA, 1994.
- Carey, Sundberg en “*Advanced Organic Chemistry*”. 3<sup>rd</sup> edition. Edt. Plenum Press. New York, USA, 1990.
- Eliel, Wilen en “*Stereochemistry of Organic Compounds*”. Edt. John-Wiley and sons, Inc. New York, USA, 1994.
- Scöllkopf. *Top. Curr. Chem.* **1983**, 109, 65.
- Quinkert, Stark. *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1983**, 22, 637.
- Barlett. *Tetrahedron* **1980**, 36, 2.
- Blaser. *Chem. Rev.* **1992**, 92, 935.
- Markgraf, Fei, Ruckman. *J. Chem. Educ.* **1995**, 72, 270.
- Ciaccio. *J. Chem. Educ.* **1995**, 72, 1037.
- Masoom, Townshend. *Analytica Chimica Acta.* **1984**, 166, 111.
- Cannel (Ed). *Methods in Biotechnology 4: Natural Products Isolation*. Humana Press, Totowa, NJ. **1998**.
- Martínez y Csáky. *Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica*. Editorial Síntesis S.A. **1998**.
- Bernabei. *Seguridad. Manual para el laboratorio*. Merck (Ed). **1994**.
- L. F. Tietze, Th. Eicher. *Reactions and Synthesis in the Organic Chemistry Laboratory*. University Science Books **1989**

### OBJETIVOS DOCENTES:

Esta asignatura de carácter troncal y exclusivamente experimental integra a cuatro departamentos, Analítica, Inorgánica, Orgánica y Química-Física., con su impartición se pretende que el alumno adquiera experiencia en la resolución de problemas concretos tanto analíticos como de síntesis orgánica e inorgánica.

Los principales objetivos son:

1. Presentar y familiarizar al alumno con algunas de las técnicas más habituales en los laboratorios como IR, UV, RMN, Fluorescencia, Cromatografía,
2. Practicar procedimientos de síntesis avanzadas tanto de compuestos inorgánicos como orgánicos los cuales exigen una gran meticulosidad en el trabajo de manipulación, ya que implican una secuencia encadenada de operaciones
3. Caracterización físico-química de los sólidos formados; estudiando su reactividad y su comportamiento espectroscópico y magnético, así como otras propiedades físicas.
4. Conocer los programas de modelización molecular para la optimización de la geometría molecular y cálculo de la energía, así como para la obtención de propiedades moleculares y de los espectros teóricos de vibración y electrónico.
5. Familiarizar al alumno con los procedimientos de tratamiento de muestra, métodos de separación y diferentes técnicas de detección para su aplicación a la resolución de problemas analíticos en el campo agroalimentario, ambiental, clínico e industrial
6. Buscar y aportar criterios objetivos para evaluar los resultados obtenidos
7. Fomentar la organización de los resultados experimentales y correcta presentación de los informes
8. Manejar diferentes fuentes bibliográficas

## **METODOLOGÍA**

Las clases prácticas se desarrollan en el laboratorio durante 12 días/departamento en sesiones de 4 horas de duración. En el primer cuatrimestre se realiza el laboratorio de Orgánica y Química- Física y en el 2º Cuatrimestre, Analítica e Inorgánica.

Los alumnos se distribuyen en grupos de entre 4 y 10 alumnos (dependiendo de cada departamento) y se le asigna un profesor por práctica. Los guiones para la realización de las prácticas se encuentran a disposición del alumno en el laboratorio y cada práctica será precedida de una explicación por parte del profesor. Cada alumno de forma individual elaborará un cuaderno de laboratorio y/o una hoja de resultados donde responderá a diferentes cuestiones relacionadas con el trabajo realizado. El cuaderno o las hojas de resultados se entregarán al profesor correspondiente para su evaluación.

## **CRITERIOS DE EVALUACIÓN**

Es indispensable la realización de todas las prácticas para poder aprobar la asignatura. La calificación final será la nota media de las cuatro partes, siendo indispensable obtener un mínimo de cuatro en cada una de ellas y una nota media de cinco. La calificación de cada parte se obtendrá a partir de la nota del examen teórico de las prácticas realizadas y de la nota obtenida en el laboratorio, estando priorizada esta última. En cada una de las partes de que consta el laboratorio es necesario presentar un cuaderno o memoria con los resultados obtenidos para su evaluación. Los alumnos que no aprueben la asignatura en Junio, deberán realizar un examen de todas las partes suspensas (calificación inferior a cinco) en la convocatoria de Septiembre.

**NOMBRE DE LOS COORDINADORES AL/OS QUE HAY QUE  
REMITIR LAS ACTAS Y LISTAS DE CLASE:**

Coordinadora General: MARÍA FELISA PERPIÑÁN VIELBA

Coordinadora Dpto. de Química Analítica: CONCEPCIÓN PÉREZ CONDE

Coordinador Dpto. de Química Física: FRANCISCO ORTEGA GÓMEZ

Coordinador Dpto. de Química Inorgánica: REGINO SÁEZ PUCHE

Coordinadora Dpto. de Química Orgánica: RAFAEL GÓMEZ ASPE