UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

QUÍMICA DE COORDINACIÓN

(Manual de prácticas)

Alejandro Solano Peralta
Raymundo Garduño Monroy
Ofelia Vega Vázquez

UNAM
CUAUTITLÁN

FESUNAM
Ediciones
Cuautitlán

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS
SECCIÓN DE QUÍMICA INORGÁNICA

QUÍMICA DE COORDINACIÓN

(Manual de Prácticas)

UNAM
CUAUTITLÁN

Asignatura: Química de Coordinación
Clave de la asignatura: 1318

Carrera: Licenciatura en Química
Clave de la carrera: 105-32

Alejandro Solano Peralta
Raymundo Garduño Monroy
Ofelia Vega Vázquez

Nunca consideres el estudio como una obligación,
sino como una oportunidad para penetrar
en el bello y maravilloso mundo del saber.

Albert Einstein (1879 -1955)

Agradecimientos

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico por su apoyo en el PAPIME No. 104807 "Elaboración de Material Didáctico (Manuales y Guías de Laboratorio) de las Asignaturas de la Sección de Química Inorgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán".

Responsable académico:

Dra. León Rodríguez Frida María

Integrantes:

Arturo Aguirre Gómez
Griselda Ávila Enríquez
Ofelia Esperanza Arroyo Fal
Lidia Elena Ballesteros Hernández
Raymundo Garduño Monroy
Claudia Pérez Garrido
Alejandro Solano Peralta
Ofelia Vega Vázquez
Natividad Venegas Herrera

Prólogo

En este manual de prácticas de laboratorio se compilan 15 prácticas diseñadas específicamente para cubrir la parte experimental del curso de Química de Coordinación (clave 1318) en la licenciatura de Química (clave 105-32) en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FESC). Estas prácticas fueron planeadas para ser llevadas a cabo en sesiones de tres horas de parte experimental y delineadas, no sólo para ilustrar y expandir algunos de los conceptos citados en las clases de teoría, sino también para conducir al alumno hacia el conocimiento, y la habilidad en la síntesis y caracterización de compuestos inorgánicos que tienen cierto grado de complejidad.
Inicialmente se habían considerado nueve experimentos como el máximo de actividades programadas, sin embargo, en esta versión se presenta un mayor número. Esto con el propósito de que el profesor asignado al laboratorio tenga la libertad de poder seleccionar las prácticas que mejor se ajusten a sus expectativas programáticas y académicas. En un principio se consideró que todos los experimentos a realizar se puedan llevar a cabo en una sola sesión, sin embargo, por la importancia del tema, algunos se dividieron en dos sesiones, por ejemplo, el experimento sobre los complejos de Werner, o bien, el de cinética de acuación de un complejo de Cobalto (III), los cuales se consideran inertes, dado sus largos tiempos de reacción.

Los experimentos se seleccionaron basados en los siguientes criterios:

i. Que fueran representativos de los temas que abarca el Programa de Estudios de la parte teórica del curso.
ii. Que no fueran peligrosos y lo menos contaminantes posible.
iii. Que se contara con los reactivos y disolventes en los laboratorios de docencia.
iv. Que se aprovecharan los equipos con que cuenta el laboratorio de Química de coordinación.
v. Que tuvieran un grado de complejidad razonable para estudios de licenciatura; así también enfatizar, aunque se reduce la parte de síntesis química, el uso de técnicas analíticas para la caracterización de los compuestos sintetizados en el laboratorio.

Así, en algunos experimentos se usará:

a. un espectrofotómetro UV-Vis.
b. un conductímetro.
c. pH-metros.
d. la balanza de susceptibilidad magnética.
e. un espectrómetro IR.

De esta manera, consideramos que se sirve mejor a los intereses de un futuro profesional de la química, que normalmente están involucrados en síntesis de compuestos elaborados.

Inicialmente, en este manual se presenta el programa de la asignatura de Química de coordinación de la carrera de Química el cual contiene tanto los objetivos que se esperan cubrir durante el desarrollo de la asignatura, mismos que corresponden con los objetivos del curso experimental, así como los temas que se verán durante el curso. Un apartado interesante es el referente a la libreta (bitácora) de laboratorio, la cual es un registro de las actividades experimentales que se realizan. Aquí se da una introducción a lo que es y la importancia que tiene para toda persona inmersa en el ámbito científico, por lo que se considera que es un buen momento para orientar al alumno sobre el uso de este instrumento.

Posteriormente, se presentan indicaciones iniciales de seguridad y de trabajo de laboratorio que se espera siga el alumno, ya que es importante, tanto en la salud de la persona, como en el trabajo, y en la forma de presentar los resultados del mismo. Por ello se le pide al alumno que siga un formato típico de reporte, en el cual se podrá vislumbrar el trabajo realizado antes, durante y después de la sesión experimental. Como nota final de esta parte, se reitera el apoyo del profesor asignado al grupo para poder contribuir en las competencias que el alumno debe adquirir durante la estancia en este laboratorio de química de coordinación.

Todas las prácticas de este manual constan de siete componentes:

1. Objetivos: segmento donde se marcan los alcances a cubrir en la correspondiente sesión experimental.
2. Una introducción con la que se espera dar un panorama general del tema en estudio.
3. Una investigación previa, en la cual se le pide al alumno investigar los fundamentos del fenómeno o conceptos teóricos a explicar; así como hacer una revisión bibliográfica de las correspondientes fichas de seguridad (material safety data sheet, msds en inglés) de los reactivos a emplear en la práctica a realizar.

4. La parte experimental, dónde inicialmente se indica el material y reactivos a emplear, así como el procedimiento experimental a seguir.
5. Un reporte o informe de trabajo, el cual es un apartado en el que se incluyen una serie de preguntas para ayudar a preparar éste y que se deberá entregar en la siguiente sesión experimental.
6. Literatura a consultar, donde se mencionan las referencias bibliográficas que contienen la información referente al tópico en estudio.
7. Mapas ecológicos, que son diagramas de flujo y que indican en qué parte del proceso experimental se generan residuos susceptibles a ser tratados por parte del personal académico asignado a tu grupo de laboratorio.

Al final del manual, además del reglamento interno para los laboratorios de la sección de química inorgánica de la FESC (apéndice A), se anexan una serie de complementos con información general sobre temas que contribuyan a la formación profesional del alumno, tales como medidas de seguridad en el laboratorio, información general para la elaboración de un reporte científico, la evaluación de datos experimentales, errores en la cristalería, propiedades físicas de algunos disolventes de uso común, así como una tabla periódica de los elementos, esperando que todo lo anterior sea de utilidad en la formación científica del alumno.

Es importante mencionar que el diseño de las prácticas y el reporte que se le solicita al alumno difiere en parte de lo que experimentó en su primer año en la licenciatura, por lo que es necesario asegurarse de estar familiarizado con las disposiciones experimentales, haber leído por entero la práctica a realizar, así como la información asociada relevante antes de cada sesión experimental.

Si hay alguna duda sobre alguna práctica, el profesor asignado al grupo podrá ayudar a dilucidar las interrogantes.

Deseamos que en las sesiones de laboratorio encuentres aspectos importantes para un buen desarrollo de esta carrera profesional.

¡Bienvenidos al laboratorio de Química de Coordinación!

A. S. P.
R. G. M.

Mayo de 2013

Índice

Prólogo 7

Libreta de laboratorio 13

Indicaciones iniciales de seguridad 16

Prácticas

1 INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA DE COORDINACIÓN 21

2 COMPLEJOS COLORIDOS DE HIERRO (III) 25

3 NÚMERO DE COORDINACIÓN. COMPLEJOS DE COBRE (II) - OXALATO 39

4 ISOMERÍA GEOMÉTRICA. OBTENCIÓN DE cis- y trans-$K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$ 43

5 ISOMERÍA DE ENLACE. COMPUESTOS DE COBALTO (III) - NITRITO 49

6 COMPLEJOS TIPO WERNER. AMINO - COMPLEJOS DE COBALTO (III) 55

7 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN EN EL VISIBLE 63

8 ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO Y CONDUCTIMÉTRICO DE COMPLEJOS 77

9 SIMETRÍA MOLECULAR 83

10 MEDICIÓN EXPERIMENTAL DEL 10 Dq 87

11 CARACTERIZACIÓN DE UN COMPUESTO DE COORDINACIÓN: ESPECTROSCOPIA IR 93

12 EFECTOS QUELATO Y MACROCÍCLICO 97

13 MEDICIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA (MAGNETOQUÍMICA) 107

14 CINÉTICA Y ESTABILIDAD DE COMPUESTOS DE COORDINACIÓN. ACUACIÓN DE COMPLEJOS DE COBALTO (III) 113

15 QUÍMICA BIOINORGÁNICA: COMPLEJOS COBRE (II) - GLICINA 125

Apéndices

A REGLAMENTO INTERNO PARA LOS LABORATORIOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INORGÁNICA DE LA FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN 131

B MEDIDAS DE SEGURIDAD SUGERIDAS APLICABLES EN EL LABORATORIO 133

C ESQUEMA TÍPICO DE UN REPORTE CIENTÍFICO 137

D EVALUACIÓN DE DATOS EXPERIMENTALES 139

E ERRORES EN LA CRISTALERÍA 144

F DISOLVENTES COMUNES Y PROPIEDADES 145

G TABLA PERIÓDICA DE LOS ELEMENTOS 147

Libreta de laboratorio

Muy pronto se cumplirán 45 años de la exhibición del primer episodio de *Star trek* o *Viaje a las estrellas*, el 8 de septiembre de 1966. La serie de televisión y películas creada por Gene Rodenberry donde, a bordo de una nave espacial, los astronautas recorrían el espacio buscando nuevas especies e interviniendo otras civilizaciones, haciendo las veces de barco explorador por los confines del universo. En ella, como parte inicial de la trama se dice:

"Bitácora de vuelo: Fecha estelar 7412.6. A 1.8 horas del lanzamiento, para interceptar al intruso lo más pronto posible, debemos arriesgarnos a ir a potencia WARP dentro del Sistema Solar."

En este preámbulo, el Almirante James Tiberius Kirk (William Shatner), registra en su bitácora la condición o situación en la que, en ese momento, anda su nave estelar, la SS Enterprise NCC-1701.

Según el diccionario de la real academia de la lengua española (www.rae.es) se define cuaderno de bitácora como:

"Mar. Libro en que se apunta el rumbo, velocidad, maniobras y demás accidentes de la navegación"

La bitácora es un término que se usa ampliamente en la marina mercante. Actualmente, esta definición se ha extrapolado a diversos ámbitos científicos y tecnológicos, como un libro (registro escrito) en el cual se lleva memoria de la actividad que se esté desarrollando. Una excelente experiencia de laboratorio es contar con una libreta de laboratorio ya sea un cuaderno de notas, mejor conocido como bitácora, la cual de preferencia sea de tamaño carta, forma francesa y sus hojas no deben ser desprendibles.

¿Por qué usar una libreta exclusiva para laboratorio? Una libreta, cuaderno de notas o bitácora de laboratorio es un libro para texto o compendio donde se tiene como objetivo registrar toda actividad realizada en el laboratorio para llevar así una actitud de trabajo ordenado y sistemático, es decir, es un diario de trabajo donde se describen las acciones cotidianas de la investigación que se realiza, no sólo como el diario confidencial de las adolescentes–aunque como este último, es totalmente personal–, sino por el hecho de que se elabora de forma simultánea a la experiencia, para no dejar nada a la me-

moria (que puede fallar). Debe estar totalmente al alcance de los compañeros de trabajo y futuros integrantes al equipo para su lectura y consulta, ya que una de las características importantes del método científico (en cualquier área donde éste se aplique) es la posibilidad de que haya errores en la experiencia, no obstante, éstos pueden corregirse mediante el análisis de la información contenida en la bitácora. De tal forma que, el experimento tenga reproducibilidad para mejora o posibilidad de repetición del trabajo realizado, en caso de éxito. De esta manera, cualquier colega en el mundo está en la posibilidad de confirmar los hallazgos anunciados y, finalmente, contribuir al incremento del conocimiento humano.

Por ende, la bitácora o cuaderno de notas tiene múltiples momentos cronológicos de uso; antes, durante y después de la experiencia de laboratorio.

Antes de la sesión de laboratorio, y previo a cualquier cosa, la bitácora debe llevar una carátula, en la que contendrá toda la información que caracterice al cuaderno: a qué curso corresponde, quién es el dueño del cuaderno, cuál es el horario y su ubicación (lugar), a qué institución pertenece, y alguna forma de localizar al dueño en caso de extravío. En la bitácora se debe registrar, con tinta indeleble, notas de la investigación bibliográfica o respaldo teórico del experimento; escribir las reacciones (balanceadas) que se van a llevar a cabo, lo cual permitirá posteriormente hacer cálculos de los rendimientos teóricos y obtener el porcentaje de los correspondientes obtenidos experimentalmente, así como anotar las propiedades físicas y químicas de los reactantes y disolventes que se emplearán, además de las propiedades toxicológicas y las precauciones de seguridad que se deben tomar en la manipulación de los mismos.

Durante la sesión de laboratorio, como se mencionó anteriormente, se describe todo lo observado *in situ* durante la experimentación: escribir las características del material y equipo empleado (marca y modelo), ejemplos de las observaciones que siempre deben anotarse, así como los cambios físicos que pueden dar idea que algo está pasando en el experimento, tales como cambios de temperatura, formación de burbujas (gases), cambios de color, los tiempos en los cuales apareció o se formó algo y las temperaturas en las que se llevó a cabo el experimento o si se modificó algo del procedimiento escrito en "la receta" que uno sigue al hacer la experimentación.

Así también, muchos investigadores suelen dibujar el equipo empleado o bien escribir sus ideas o pensamientos con el fin de explicar lo que está pasando para, posteriormente, crear un modelo que permita explicar y predecir muchas cosas, a veces insospechadas. Por ello, otra regla que se explica por sí misma es que jamás se borra o se tacha completamente. Cuando se considere necesario, sólo se traza una línea sobre el escrito deseado; uno nunca sabe si la idea o nota no deseada podrá ser útil o correcta en un momento posterior.

Así mismo, en el uso de bitácoras no se deben desprender hojas, dado que una costumbre importante, en el ámbito industrial, es el llevar las hojas de forma foliadas a razón de evitar perdida de información que en muchas ocasiones es de extrema valía. En este punto, otro aspecto importante es ser claro y preciso en las anotaciones; se recomienda no usar abreviaturas, sobre todo si son personales, ya que su significado suele olvidarse con el tiempo. Por último, y no menos importante, es no hacer anotaciones en papeles u hojas sueltas para luego pasarlo a la bitácora de forma definitiva; éstas suelen perderse por diversos motivos, e, incluso, hay profesores que acostumbran confiscar este tipo de material literario y se tiene que recurrir a la memoria, ya sea la propia o la del compañero. En muchos casos se disgrega lo percibido y, si se escribe directamente en la bitácora, el alumno irá adquiriendo un hábito muy valioso en la práctica profesional, formando su sentido de verter la información en forma precisa y centrada, que es el objetivo principal en el uso y manejo de bitácoras.

Después de la sesión, teniendo ya la información del experimento, es conveniente hacer un análisis y discusión de los resultados obtenidos, siendo el mejor lugar la bitácora. Con ella, se pueden comparar nuestros resultados con los que se tienen reportados en la literatura afín. Aunado a ello, en caso de error, se tendría la información necesaria para ver en qué punto uno se equivocó o qué se puede hacer de forma experimental para obtener mejores resultados.

Así, ya sea que se esté trabajando en un laboratorio, en el campo o en la biblioteca, siempre se debe tener a la mano el libro de bitácora personal, ya que hoy en día, continúa siendo la mejor forma de registrar los resultados y la metodología de trabajo en la investigación industrial y académica. En el primer caso, la investigación industrial, esta herramienta sirve como evidencia de primera invención o bien de credibilidad legal de los resultados reportados, ya que la carencia de estos registros puede ocasionar una gran pérdida económica. En el ámbito académico, se ha observado que aquellos estudiantes que quieren y respetan su bitácora anotando todo acontecer relativo a las sesiones de laboratorio elaboran excelentes reportes, lo que repercute en mejor aprendizaje y en consecuencia mejores calificaciones.

Bibliografía adicional al tema

H. M. Kanare (1985). *Writing the laboratory notebook*. Washington: ACS.

H. F. Ebel, Cl. Bliefert & W. E. Russey (1987). *The art of scientific writing: from student reports to professional publications in chemistry and related fields*. Wiley-VCH.

Indicaciones iniciales de seguridad

Recuerda que se te está entrenando para trabajar con sustancias químicas y equipo de una manera segura y responsable. Si observas cuidadosamente las precauciones que se citan a continuación, y las que mencionan en el apéndice B, te evitarás contratiempo y, sobre todo, accidentes. Por consiguiente, deberás aprender el hábito de adoptar medidas de seguridad que te resultarán de un valor inestimable, no sólo en el laboratorio escolar, sino también en el ámbito profesional y laboral.

Un aspecto importante que debes hacer, aún cuando no esté marcado en el manual, es investigar las propiedades tanto físicas, químicas y toxicológicas de cada uno de los reactivos y disolventes que vayas a ocupar en cada una de las prácticas a realizar.

Recuerda que tú eres el responsable de tu seguridad

Trabajo de laboratorio

Para el trabajo de laboratorio se solicita el uso de una bitácora, o cuaderno de notas. Para esto, se sugiere una libreta forma francesa tamaño profesional, en la cual se tendrá registro de todas las observaciones, comentarios y cálculos que se hagan durante la sesión experimental. Esto incluye un registro de pesadas (no escribir en pedazos de papel, ya que en ciertas ocasiones se necesitará consultar cierta información nuevamente), así como también tablas y graficas con datos de las mediciones hechas durante las prácticas de laboratorio.

Un aspecto importante es la sección de introducción, provista en cada práctica a realizar, y es imperativo que sea leída y discutida en grupo antes de empezar el experimento.

Investigación preliminar: En todas las prácticas, antes de entrar al laboratorio, se deberá responder, lo más completo posible, un cuestionario con preguntas relacionadas al tema a estudiar de forma experimental. Éste debe ser resuelto, por parte del alumno, presentado y discutido entre todo el grupo antes de que cualquier trabajo de laboratorio comience, y debe ser entregado directamente al profesor para su revisión y evaluación.

Es responsabilidad del estudiante asegurar que el trabajo preliminar haya sido revisado. La falta de ello puede conducir a deducciones o conclusiones

erróneas cuando se entregue el reporte o informe de trabajo. Recordar que el profesor está para apoyar en la medida de lo posible; acudir a él las veces que sean necesarias durante la sesión de laboratorio.

En el laboratorio: Para empezar, es importante señalar que tanto el personal académico como los alumnos y los trabajadores administrativos están regidos por el Reglamento interno para los laboratorios de la Sección de Química Inorgánica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán-UNAM (véase apéndice A, de carácter obligatorio).

Cada semana se realizará una práctica diferente. El tratar de relacionar lo que se está haciendo de forma experimental con la introducción del experimento que se leyó previamente, junto al cuestionario ya contestado, permitirá entender mejor el fenómeno o concepto en estudio.

Para el trabajo de laboratorio se requiere la bitácora de trabajo la cual deberá estar escrita con tinta y deberá tener un registro de todas las observaciones y resultados que se obtengan durante la realización de cada una de las prácticas. Esto incluye cualquier dato, registro de pesadas y graficas posibles. La bitácora redituará en la evaluación de la parte experimental de la práctica, y por ende en la calificación del curso, dado que será inspeccionada al término de la práctica por el profesor.

Debido a que diferentes grupos de estudiantes hacen las prácticas en diferente orden, se recomienda que cuando dejen productos que serán utilizados en prácticas posteriores, o bien, residuos químicos de las prácticas realizadas, todos estos deberán ser etiquetados y colocados en frascos o recipientes previamente estipulados.

La etiqueta debe indicar:

- De qué sustancia se trata, indicando, cuando sea necesario, la concentración.
- El nombre de la práctica que se realizó o en la que se utilizó.
- El grupo y equipo al que pertenece.
- La fecha de elaboración en formato dd / mm / aaaa.

Otro aspecto importante al realizar las prácticas es el correcto manejo y la medición de las cantidades de sustancias a emplear. Por ello se pide que el alumno adquiera, de forma comercial, una espátula de tamaño adecuado y así obtener una mejor habilidad en el manejo de pequeñas cantidades de sustancias.

Para asegurar consistencia y seguridad, durante la sesión de laboratorio, una persona responsable (profesor o laboratorista) debe estar siempre presente. Si se tiene alguna duda o inseguridad en el montaje experimental, acercarse al profesor para que asista o aclare las dudas. También, debido a la generación de residuos químicos, se colocarán recipientes claramente etiquetados, en los cuales se verterán los residuos de sustancias que se obtienen al realizar las prácticas. De no ser así, es imperativo que se soliciten al profesor estos recipientes.

Informe de actividades: Se debe de entregar un reporte de las actividades realizadas en la sesión de laboratorio, que deberá estar claramente etiquetado.

En el reporte se deben incluir todas las gráficas o espectros que se hayan obtenido (si sólo un espectro se obtuvo por grupo, un equipo puede presentarlo y los demás pueden referirse a él). Los productos obtenidos serán entregados y colocados en frascos previamente asignados.

El reporte, que se entregará ocho días posteriores a la realización de la práctica, debe tener:

- Portada con los nombres de los integrantes del equipo que lo entrega, así como también el grupo al que pertenecen, el nombre de la práctica, la fecha de cuando se realizó y el nombre del profesor asignado a tu grupo de laboratorio.
- Objetivos a cumplir; los que se indican en cada una de las prácticas del manual.
- Parte experimental. No es obligatoria una descripción detallada del procedimiento experimental dado que está relatada en las notas impresas. Si se han hecho modificaciones durante el curso de la práctica si es necesario anotar tanto en la bitácora como en el reporte las modificaciones hechas.
- Resultados: El informe debe incluir todas las observaciones que se anotan en la bitácora, así como contener el rendimiento y el porcentaje de rendimiento de cualquier compuesto preparado, además de las tablas o gráficas, incluyendo espectros, con los datos obtenidos durante la sesión experimental (si sólo un espectro se obtuvo por grupo, un equipo puede presentarlo y los demás pueden referirse a él).
- Análisis y discusión de los resultados obtenidos durante el desarrollo experimental. En este apartado se ingresará un análisis comparativo de los resultados obtenidos en la sesión de laboratorio experimental con lo reportado en diversas fuentes científicas, tales como libros, artículos de revistas de investigación científica, entre otras, así como una discusión objetiva con el fin de dar una posible explicación de lo obtenido en el laboratorio y su concordancia con lo ya reportado en la literatura

científica o bien plantear una posible respuesta al fenómeno observado. De forma conjunta, se deberán anexar las respuestas a las preguntas que están en la parte final (reporte) de cada práctica.

- Conclusiones, que deben estar relacionadas directamente con los objetivos que se pretenden cumplir al inicio de la sesión experimental.
- Referencias bibliográficas o hemerográficas consultadas, (mínimo tres). Se deben evitar las direcciones o links de Internet, dado que en múltiples ocasiones presentan información incorrecta, no validada o no adecuada para nivel licenciatura.

Los reportes no tienen que ser necesariamente muy largos, pero si contener puntos esenciales en su contexto, como los marcados anteriormente. Para una ampliación de lo anterior léase el apéndice C.

Con todo lo anterior se espera que la estancia en este laboratorio de química de coordinación contribuya en la mejora de la habilidad manual y en el análisis y discusión de información y datos de interés científico. De nueva cuenta:

La parte más importante de tu educación eres tú

Práctica

1

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA DE COORDINACIÓN

(Sesión 1)

OBJETIVO

Introducir al alumno al laboratorio de química de coordinación. Asimismo, mediante la realización de seminarios de investigación, dar aspectos generales sobre seguridad en el laboratorio relativos al cuidado, uso y manejo de equipos, instrumentos analíticos y sustancias químicas.

INTRODUCCIÓN

En general, en un laboratorio de química, el uso y manejo de sustancias químicas es un hábito diario. Sin embargo, muchas de estas sustancias pueden presentar riesgos a la salud tanto de la persona que está trabajando con ellas como a la de aquellos que están en el mismo recinto. Antes que nada, el uso de sustancias, las condiciones mínimas de trabajo, las instalaciones, la vestimenta propia, el manejo de la bitácora, así como el conocimiento de las propiedades físicas, químicas y toxicológicas de las sustancias, el material y el equipo propios de un laboratorio de química, son los aspectos más importantes a conocer.

En esta parte inicial del curso, se te da la bienvenida al laboratorio de química de coordinación y se te presentará, mediante la realización de seminarios de investigación, principios y reglas de seguridad e higiene que se deben seguir al desarrollar cualquier trabajo en el laboratorio, así como los riesgos inherentes cuando se trabaja con sustancias químicas.

INVESTIGACIÓN PREVIA

En esta primer practica del curso experimental de química de coordinación, la investigación preliminar consistirá en la recopilación de información bibliográfica y hemerográfica relativa al tópico sobre el que se desarrollará la práctica, mediante la impartición y discusión en clase del tema, así como la impartición de seminarios a los alumnos.

La temática de seminarios de seguridad en el laboratorio será:

1. Buenas prácticas de laboratorio (BPL)
   a. ¿Qué se conoce como buenas prácticas de laboratorio?
   b. ¿Qué pretenden las BPL?
   c. ¿Qué aspectos cubren las BPL?
2. Normas generales de seguridad en un laboratorio de química.
   a. Reglamentos de Seguridad e Higiene aplicables al laboratorio de química de coordinación.
   b. Dispositivos de seguridad con los que debe contar un laboratorio.
   c. Ubicación de los dispositivos de seguridad con los que debe contar un laboratorio químico.
   d. Identificación (código de colores) de tuberías.

3. Equipo de protección para los usuarios de un laboratorio químico.
   a. Ropa de seguridad (bata, cofia, etc.).
   b. Cascos de protección.
   c. Guantes de seguridad.
   d. Lentes de seguridad.
   e. Zapatos de seguridad.
   f. Mascarillas.
4. Definición de reactivos químicos, clasificación (inflamables, tóxicos, dañinos para la salud, etc) y etiquetado (pictogramas).
   a. Información que debe tener una etiqueta.
   b. Hoja de seguridad; ¿qué es, cómo se obtiene y qué información contiene?
   c. ¿Cómo se clasifican los reactivos en un laboratorio para almacenamiento y/o cómo se clasifican para su almacenamiento?
5. Equipo e instrumentación de laboratorio
   a. Equipo común de laboratorio.
   b. Cuidados y precauciones en su manejo.
   c. Normas de seguridad en el manejo de equipos.
   d. Disponibilidad de información para el correcto manejo del equipo.
6. Realización de experimentos
   a. Manejo de ácidos y bases.
   b. Válvulas y gases; tipos, uso y manejo.
   c. Sistemas de enfriamiento; hielo, hielo seco y nitrógeno liquido.
   d. Sistemas de destilación
7. Precauciones específicas en los laboratorios químicos
   a. Manipulación del vidrio y conexiones.
   b. Manipulación de productos químicos.
   c. Transporte de reactivos.
   d. Calentamiento de líquidos.
   e. Riesgo eléctrico.
   f. Sustancias radiactivas y radiaciones ionizantes.
8. Residuos peligrosos
   a. Definición de un residuo peligroso.
   b. Normas mexicanas e internacionales que hablan al respecto.
   c. Propuestas del alumno en cuanto al tema de manejo de residuos.
   d. ¿Qué residuos se tratan en la FESC y cómo se van a confinamiento?
9. ¿Qué hacer en caso de accidente?
   a. ¿Que está permitido hacer y quien debe realizar los primeros auxilios?
   b. ¿Con qué cuenta un botiquín y hasta dónde interviene el usuario?
   c. ¿A dónde se canaliza al accidentado en caso de un daño mayor?

PARTE EXPERIMENTAL

Consiste en la impartición de seminarios referentes a la seguridad y su aplicación en el laboratorio, donde se llevarán a cabo las sesiones experimentales del semestre en curso.

REPORTE

Se entregará un reporte (véase apéndice C). A continuación, se presentan una serie de preguntas para ayudarte a preparar el reporte. Las respuestas deben estar incluidas en la parte de análisis y discusión del mismo:

1. En tu opinión, ¿es necesario realizar buenas prácticas de laboratorio? ¿Por qué?
2. ¿Cómo deben manejarse los diversos tipos de sustancias?
3. ¿Qué efectos pueden ocasionar los diversos tipos de sustancias?
4. ¿Qué se puede hacer para evitar algún tipo de percance en un laboratorio de química, o en general, al manejar una sustancia química?
5. El laboratorio de química de coordinación, ¿cumple con todas las condiciones de trabajo? Sustenta ampliamente tu respuesta.
6. Sugerencias (procedimientos, guías de evaluación, etc.) para llevar BPL en el laboratorio de química de coordinación.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Santos, E. & Cruz, G. I. (2002). *Manual de procedimientos de seguridad en los laboratorios de la UNAM.* México: UNAM-DGIRE.

[2] STPS (1998). Norma Oficial Mexicana. NOM-005-STPS-1998. *Condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo para el manejo, transporte y almacenamiento de sustancias químicas peligrosas. Mé*xico: STPS.

[3] STPS. (2000). Norma Oficial Mexicana. NOM-018-STPS-2000. Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas en los centros de trabajo. México: STPS.

[4] STPS (2008). Norma Oficial Mexicana. NOM-026-STPS-2008. Colores y señales de seguridad e higiene, e identificación de riesgos por fluidos conducidos en tuberías. México: STPS.

[5] STPS (2005). Norma Oficial Mexicana. NOM-052-SEMARNAT-2005. Características, procedimiento de identificación, clasificación y listado de los residuos peligrosos. México: STPS.

[6] STPS (2002). Norma Oficial Mexicana. NOM-087-ECOL-SSA1-2002. Protección ambiental-Salud ambiental - Residuos peligrosos biológico-infecciosos-Clasificación y especificaciones de manejo. México: STPS.

[7] Dikshith, T.S.S. (2008). Safe use of chemicals: A practical guide. USA: CRC Press.

[8] International Organization for Standardization (2003). ISO 7010 – 2003. Graphical symbols-safety colours and safety sings – Safety sings used in workplaces and public áreas. Suiza: ISO.

[9] Séller, J. P. (2005). Good laboratory practice - the Why and the How. Suiza: Springer.

[10] Burgos-Jara, D. (2007). Monitoreo de medicamentos con fecha de caducidad en una farmacia, para dar cumplimiento a las buenas prácticas de farmacia. Edusfarm, 1.

[11] Prieto, Y. O. (2008). Buenas prácticas de laboratorio y las normas ISO 9001:2000. Biotecnología Aplicada, 25, 254-257.

[12] Duarte-Lisci, G. Buenas prácticas de laboratorio. México: Facultad de Química, UNAM. Recuperado de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/BPLs_12431.pdf.

[13] Oficina de las Naciones Unidas contra la Droga y el Delito (2012). Glosario de términos sobre garantía de calidad y buenas prácticas de laboratorio. Por la calidad y el perfeccionamiento continuo. Austria: Naciones Unidas.

MAPA ECOLÓGICO

Introducción al laboratorio de Química de coordinación

NO APLICA

Práctica

2

COMPLEJOS COLORIDOS DE HIERRO (III)

(Sesión 1)

OBJETIVOS

Preparar un complejo de coordinación de hierro: el tris-(acetilacetonato) hierro (III), así como investigar los efectos de variaciones en las condiciones de la preparación.

INTRODUCCIÓN

Los compuestos o complejos de coordinación*, son una clase de compuestos que no se predicen fácilmente, pero generalmente su comportamiento es explicado utilizando las diversas teorías del enlace químico, tales como las teorías unión-valencia (TUV), orbitales moleculares (TOM) y campo cristalino (TCC).

Para que una molécula actúe como ligante, debe tener al menos un par de electrones disponibles para donar al ión metálico, actuando así el ligante como una base de Lewis y el ión metálico como un ácido de Lewis†.

La presencia de un complejo puede detectarse por una variada serie de procedimientos, aprovechando cambios en sus propiedades físicas o químicas como color, actividad óptica, absorción, solubilidad, potencial de reducción y otras propiedades análogas, dado que son diferentes a la de su especie predecesora. De todas ellas, una de las propiedades más importantes es la estabilidad termodinámica con respecto a su disociación en un ambiente determinado, la cual está caracterizada por la constante de formación del complejo, es decir, qué tanto un compuesto en ciertas condiciones del medio de reacción puede o no formarse. En el caso de los complejos, su obtención determinada puede no obtenerse de forma directa dado que en disolución puede haber una competencia entre varios ligantes a fin de coordinarse y formar cierta especia química. Por ejemplo, para cualquier reacción de complejación, lo ideal sería:

$$[M]\ (aq) + nL \rightarrow [M(L)_n]\ (aq)$$

Donde su constante de formación quedaría definida como:

$$K_f^n = \frac{[M(L)_n]}{[M][L]^n} = \beta_1 \cdot \beta_2 \cdot \ldots \cdot \beta_n \qquad (2.1)$$

Sin embargo, el valor de esta constante de formación, y por ende el producto preferentemente formado, depende de la temperatura, la naturaleza del disolvente, la naturaleza del ión metálico y de la naturaleza y número de los ligantes presentes.

* También conocidos como "complejos", dado que en sus inicios era complicado explicar su estructura y composición.

† Si no estás familiarizado con la definición de ácidos y bases de Lewis, puedes consultar: Atkins & Jones, "Química", 4.ª ed.,Secciones 8.12 - 13.

Así, en la presente práctica, se llevará a cabo la síntesis de un compuesto de coordinación de hierro (III) con acetilacetona como ligante, y posteriormente se investigarán los efectos de variaciones en las condiciones de la preparación en la obtención del producto, por lo que inicialmente veremos ciertos aspectos de la reacción que se va a estudiar.

Formación del complejo: como mencionamos anteriormente, se asume con frecuencia que la reacción en la cual se forma un compuesto complejo ocurre de forma directa, es decir, ocurre en un solo paso:

$$M\ (aq) + nL \rightarrow [M(L)_n]\ (aq)$$

Donde el ión metálico acuoso M (aq) puede representarse como un complejo de coordinación con moléculas de agua como ligantes:

$$[M(H_2O)_n]\ \ (aq)$$

Sin embargo esto no siempre es así. En múltiples ocasiones la formación de los complejos ocurre en una serie de pasos:

$$M\ (aq) + L \rightarrow [M(L)]\ (aq) \qquad K'_f = \beta_1 = \frac{[M(L)]}{[M][L]} \qquad (2.1a)$$

$$[M(L)]\ (aq)\ + L \rightarrow [M(L)_2]\ (aq) \qquad K'_f = \beta_2 = \frac{[M(L)_2]}{[M(L)][L]} \qquad (2.1b)$$

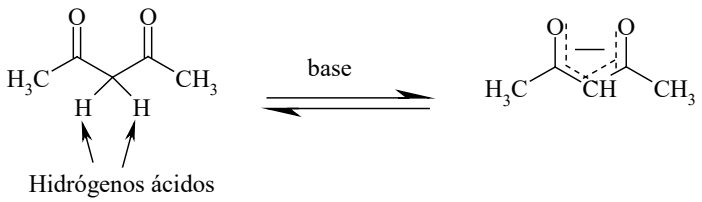
$$[M(L)2]\ (aq)\ + L \rightarrow [M(L)_3]\ (aq) \qquad K'''_f = \beta_3 = \frac{[M(L)_3]}{[M(L)_2][L]} \qquad (2.1c)$$

$$[M]\ (aq)\ + nL \rightarrow [M(L)_n]\ (aq) \qquad K^n_f = \frac{[M(L)_n]}{[M][L]^n} = \beta_1 \cdot \beta_2 \cdot \ldots \cdot \beta_{n-1} \qquad (2.1d)$$

En donde la formación del primer complejo [M(L)](aq) ocurrirá cuando las moléculas son reemplazadas por el ligante, L. Si L es un ligante monodentado entonces desplazará de su sitio a una molécula de agua. Si L es multidentado entonces podrá desplazar varias moléculas de agua. En reacciones de múltiples pasos, las reacciones de complejacion (número de ligantes coordinados al metal), ocurrirán hasta que se logre enlazar un numero tal de ligantes de tal forma que se complete el número de coordinación (NC[‡]) característico del centro metálico.

[‡] El número de coordinación del ión metálico es el número de átomos donadores alrededor del ión.

Acetilacetonato como ligante: La acetilacetona (2, 4 -pentanodiona) es un compuesto orgánico líquido incoloro o ligeramente amarillo. El anión del acetilacetona se usa normalmente en química de coordinación como un ligante, el cual tiene una sola carga negativa pero posee dos átomos donadores y es por consiguiente un ligante bidentado dado que los dos átomos donadores ocuparán dos posiciones de coordinación adyacentes alrededor del ión metálico.



Acetilacetona
acacH

Ión acetilacetonato
acac -

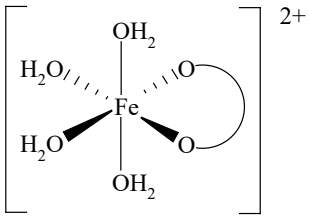
Una expresión de equilibrio puede escribirse como se muestra abajo, donde la acetilacetona actúa como un ácido en solución acuosa:

$$acacH + H_2O \rightarrow acac^- + H_3O^+ \qquad pKa = 9.0 \qquad (2.2)$$

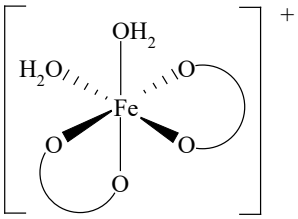
El valor de la constante de acidez, pKa, para la acetilacetona indica que es un ácido débil, por consiguiente el equilibrio en la ecuación 2.2 estará desplazado hacia la especie protónada.

Número de coordinación: El número de coordinación (NC) del ión metálico es una característica importante de los compuestos de coordinación. Complejos con NC de cuatro y seis son comunes. Un NC de seis normalmente indica que el complejo es octaédrico, mientras un NC de cuatro implicará un complejo de simetría tetraédrica o cuadrado-plano.

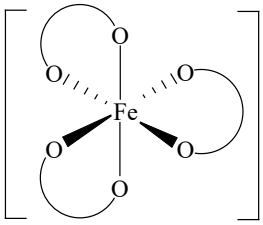
Los factores que determinan el número de coordinación más estable para los iones metálicos particulares son complicados y están más allá del alcance de esta práctica. Los complejos de coordinación de hierro (III) son normalmente octaédricos. Así, el ion férrico tiene un NC de seis:



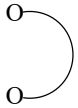
$[Fe(acac)(H_2O)_4]^{2+}$



$[Fe(acac)_2(H_2O)_2]^{+}$



$[Fe(acac)_3]$
tris-acac hierro



≡acetil acetonato

Las estructuras que se muestran son el producto de este experimento, el tris-acac hierro o $[Fe(acac)_3]$, y dos iones complejos intermedios.

Formación del compuesto tris-(acetilacetonato) hierro (III): La formación de tris-acac hierro es un proceso en pasos donde las moléculas de agua coordinadas a los iones férricos son reemplazadas secuencialmente por los iones del acetilacetonato, acac -. El primer paso en la formación del complejo tris-acac hierro (III) es la hidratación del cloruro férrico, FeCl3 .6H2O.

$$[FeCl_3] \cdot 6\ H_2O + H_2O \rightarrow [Fe(H_2O)_6]^{3+}\ (aq) + 3Cl^-\ (aq)$$

Esto es común para muchos iones metálicos ya que en medio acuoso actúan como ácidos de Bronsted y pueden generar una hidrólisis en el agua haciendo el medio ácido.

$$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + H_2O \rightarrow [Fe(H_2O)_5(OH)]^{2+} + H_3O^+\ (aq) \qquad (2.3)$$

Posteriormente, estando presente el ligante *acac,* ocurre la siguiente reacción:

$$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + acac^- \rightarrow [Fe(H_2O)_4\ (acac)]^{2+} + 2\ H^2O \quad \text{Log } \beta 1 = 9.3^{\S} \qquad (2.4)$$

El próximo paso es el reemplazo de otras dos moléculas de agua por otro ión de *acac*-, y así sucesivamente hasta que $[Fe(acac)_3]$ se produzca.

La ecuación balanceada global que describe la formación del complejo tris-(acetilacetonato) hierro(III), tris-acac hierro, a partir de acetilacetona y los iones férricos hidratados es:

$$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + 3\ acacH \rightarrow [Fe(acac)_3] + 3\ H_2O + 3\ H_3O^+ \qquad \text{Log } K_f = 25.3 \qquad (2.5)$$

§ a 30 °C y fuerza iónica = 0.1 (A. E. Martell & R. M. Smith, "Critical Stability Constants; second supplement", Springer, 1992, Vol. 6, p.420.)

Es importante comprender que la ecuación balanceada no necesariamente representa la manera en que la reacción ocurre dado que sólo *acac-* puede actuar como un ligante, como se muestra en la ecuación 2.4. Sin embargo, la ecuación balanceada es útil cuando los cálculos de rendimiento de una reacción sean necesarios.

Efecto del pH: En la segunda parte del experimento, se examinará cómo el pH afecta la formación, en este caso, del complejo *tris-acac* hierro (III). Cuando se agrega acetato de sodio a la mezcla de reacción, el rendimiento del complejo *tris-acac* hierro aumenta. Esto ocurre ya que el acetato de sodio, aunque puede actuar como ligante, actúa aquí como una base, disminuyendo la concentración de H_3O^+, o de la especie acida en la ecuación 2.2, presente en la disolución:

$$CH_3CO_2\,Na + H_2O \rightarrow CH_3CO_2H + Na^+\,(aq) + OH^-\,(aq) \qquad (2.6)$$

Por lo que, según el principio de Le Chatelier, si la concentración de H_3O^+ , o de la especie *acacH,* disminuye, el equilibrio dado en la ecuación 2.5 se desplazará a la derecha, aumentando tanto la formación de producto [Fe(*acacH*)$_3$], así como la disminución de las posibles especies intermedias (ecuación 2.4), debido al aumento notable de la base conjugada que en este caso es *acac -*.

Solubilidad: En la parte tres se examinará la solubilidad del ión complejo metálico con relación al complejo metálico sin carga (neutro), por lo que es pertinente considerar los siguientes aspectos de solubilidad:

- Los complejos de iones metálicos tienden a ser insolubles en solventes orgánicos y más solubles en agua.
- Los complejos sin carga tienden a ser insolubles en agua y solubles en solventes orgánicos.

El solvente orgánico que se usará en este experimento es el diclorometano (CH_2Cl_2). En general, los hidrocarburos clorados son más densos que el agua, por consiguiente la capa del fondo será la capa orgánica en los tubos de ensaye.

Rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend): La eficacia de un método de preparación particular es a menudo de interés. La materia prima puede ahorrarse si las condiciones de la reacción se controlan para aumentar al máximo el rendimiento de un producto, por lo que se requerirá calcular el porcentaje del rendimiento en su preparación. Para ello se debe considerar la estequiometría en la formación del complejo y se debe determinar la máxima masa de producto esperada de una cantidad dada de materiales de inicio.

Con frecuencia, la proporción del número de moles presente de los reactantes no es igual a la relación estequiométrica en la reacción. En estos casos, el máximo rendimiento posible se limitará por el reactante más escaso.
Normalmente para un cálculo del rendimiento se necesita:

- Calcular el número de moles de cada reactante presente en el procedimiento del escrito preparativo.
- Determinar el reactivo menos abundante según la proporción de la estequiometria.

El reactivo menos abundante se llama, a menudo, reactivo limitante (RL) porque limita la cantidad de producto que puede formarse.

Para simplificar el cálculo del rendimiento, se determina cuál reactivo es el reactivo limitante (RL). Por consiguiente, sólo se debe calcular el número de moles de RL.

La ecuación balanceada para la formación de $[Fe(acac)_3]$ inicia con el cloruro férrico hidratado dado a continuación:

$$FeCl_3 .6H_3O + 3\ acacH \rightarrow [Fe(acac)_3] + 3\ H_2O + 3\ H_3O^+ + 3\ Cl^- \qquad (2.7)$$

El reactivo limitante (RL) en la preparación es $FeCl_3 \cdot 6\ H_2O$, por consiguiente se necesita calcular el número de moles (n) de cloruro férrico utilizado mediante la relación:

$n = m/ PM$

Donde m = masa utilizada (g) y PM = peso molecular de $FeCl_3 \cdot 6\ H_2O$ (PM = 270.3 g mol^{-1}) en este caso.

El siguiente paso es calcular el peso máximo de producto posible limitado por RL:

Masa máxima de producto = número de moles de RL x el peso molecular de producto

Producto = $[Fe(acac)_3]$ PM = 352.8 g mol^{-1}

Así la masa máxima (teórica) de $[Fe(acac)_3]$ que se puede obtener será:

Número de moles de $FeCl_3 \cdot 6\ H_2O$ utilizado x (352.8 g mol^{-1})

Obteniendo así la cantidad máxima posible (en gramos) de producto que se espera obtener.

Por último, se expresa el rendimiento como el porcentaje del rendimiento obtenido:

$$\%\ Rend = 100 \times \frac{\text{Cantidad de producto obtenido (g)}}{\text{Cantidad de producto máximo posible (g)}}$$

Un aspecto importante en señalar es que este último resultado (% Rend) debe expresarse al menos con 1 cifra significativa: 76.4 %.

INVESTIGACIÓN PREVIA

La investigación previa es necesaria para un mejor entendimiento del fenómeno a realizar y debe entregarse al profesor antes que el experimento comience a realizarse en el laboratorio. Las preguntas se pueden consultar en el laboratorio cuantas veces sea necesario para un completo entendimiento de la práctica que se esté realizando.

La acetilacetona es un ácido débil acorde a la siguiente ecuación:

$$acacH + H_2O \rightarrow acac^- + H_3O^+ \qquad pKa = 9.0 \qquad (2.2)$$

a. Al disolverlo en agua y en condiciones normales (pH = 7) ¿en qué dirección estará desplazado el equilibrio ácido – base de esta especie química?
b. ¿Cómo modificar el equilibrio para desplazarlo a la izquierda? Y para desplazarlo a la derecha, ¿qué se tiene que hacer?

- ◊ ¿Qué es un mecanismo de reacción? ¿Qué es una reacción por pasos?
- ◊ El primer paso en la formación del complejo tris-acac hierro (III), después de que los iones férricos son hidratados es:

$$[Fe(H_2O)_6]^{3+} + acac^- \rightarrow [Fe(H_2O)_4(acac)]^{2+} + 2\,H^2O \qquad Log\ \beta 1 = 9.3 \qquad (2.4)$$

a. Si el ion acac - se consume por este primer proceso, ¿Cómo se afecta el equilibrio ácido - base de la acetilcetona en la ecuación 2.2?
b. Al realizarse la coordinación y el consumo del acac presente en la mezcla de reacción, ¿qué consecuencias son posibles medir de forma experimental?

- ◊ ¿Qué factores están involucrados para que un compuesto químico sea soluble en solventes polares y no polares?
- ◊ Investigar las propiedades físicas, químicas y toxicológicas, así como el manejo de los reactivos involucrados.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

5 Tubos de ensaye	$(CH_3OC)_2CH_2$ (Acetilacetona)
4 Tapones para tubo de ensaye	$Na(CH_3CO_2) \cdot 3H_2O$
1 Gradilla	$FeCl_3 \cdot 6\ H_2O$
2 Matraz Erlenmeyer de 100 ml	$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$
1 Vaso de precipitados de 10 ml	
1 Tripie	CH_2Cl_2
1 Recipiente para baño Maria	Agua destilada
1 Mechero	
1 Embudo Buchner	pH-metro
1 Pipeta graduada de 5 ml	Balanza analítica
1 Vidrio de reloj	Bomba de vacío
1 Papel filtro	
Mangueras para vacío	

INDICACIONES ADICIONALES

- Secar, pesar y guardar todos los productos para su uso posterior en la determinación de la susceptibilidad magnética y la conductividad eléctrica (prácticas 11 y 13).
- Colocar todos los residuos y desechos de las disoluciones en los recipientes proporcionados por el laboratorista o el profesor, o bien, preguntar qué hacer con los residuos. No desecharlos en la tarja.

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Preparación de tris-(acetilacetonato) hierro (III)

1. Pesar aproximadamente 700 mg. de cloruro férrico ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) en un matraz Erlenmeyer de 100 ml. Agregar 20 ml. de agua destilada y calentar en baño de agua.
2. En otro matraz Erlenmeyer de 100 ml, pesar aproximadamente 1.5 g de acetato de sodio. Agregar 10 ml de agua destilada y calentar en baño de agua, a aproximádamente 60 ºC.
3. En un vaso de precipitado de 10 ml, disolver 1 ml de acetilacetona en 1 ml de etanol. Agitar y agregar esta disolución a la disolución de cloruro férrico. Anotar todas las observaciones en el cuaderno de notas (bitácora).
4. Mezclar las dos disoluciones presentes, anotar cualquier cambio y regresar cuidadosamente esta disolución al baño de agua durante diez minutos.
5. Colocar la disolución en la mesa y permitir que se enfrié lentamente.
6. Colectar cualquier precipitado usando un embudo Büchner (se debe conocer el previo uso de este embudo antes de la práctica). Lavar el residuo dos veces con agua destilada.

7. Separar del embudo Büchner del papel filtro con el producto obtenido, y ponerlo encima de un vidrio del reloj. Secar el producto colocándolo sobre un vidrio de reloj en la estufa a 100°C durante diez minutos.
8. Pesar el producto obtenido y mostrar el producto al profesor asignado al grupo para su valoración.

Parte 2. Efecto del pH en la formación de los complejos férricos con acetilacetonato

Nota: Usar el pH-metro que se dispone para esta parte. Procurar enjuagar los electrodos con agua destilada entre lectura y lectura.

1. En un matraz Erlenmeyer de 100 ml, disolver 0.2 g de nitrato férrico $Fe(NO3)3 \bullet 9H2O$, en 25 ml de agua destilada. Medir el pH de esta disolución usando el pH-metro.
2. Verter 4 ml. de esta disolución en un tubo de ensaye limpio y etiquetarlo como disolución 1. Anotar en el cuaderno de notas el color de los cristales de nitrato férrico y el color de la disolución resultante.
3. En otro tubo de ensaye, disolver 5 gotas (0.1 g) de acetilacetona en 1 ml de etanol y agregar al matraz con la disolución de nitrato férrico. Agitar y medir nuevamente el pH de esta disolución. Verter 4 mL de esta disolución en un tubo de ensaye limpio etiquetado como disolución 2.
4. Pesar 0.5 g de acetato de sodio y agregarlo al matraz con la disolución de nitrato férrico. Agitar, medir y anotar el pH de esta disolución.
5. Verter 4 ml de la última disolución en un tubo de ensaye limpio etiquetado como disolución 3.

Parte 3. Solubilidad

Nota: no verter las disoluciones con diclorometano en las tarjas. Se colocará un recipiente para vaciar ahí estas disoluciones. De no ser así, preguntar al profesor dónde verter esta disolución.

1. Colocar una cantidad pequeña (aproximadamente la punta de la espátula) de tris-acetilacetonato hierro (III), que se preparó en la parte uno, en dos tubos de ensaye etiquetados como muestra A y B.
2. Al tubo con la muestra A agregar 2 ml de agua. Agitar e intentar disolver.
3. Al tubo con la muestra B agregar 2 ml de diclorometano. Agitar e intentar disolver.
4. Agregar 2 ml de agua a la muestra B.
5. Agregar 1 ml de diclorometano a las disoluciones 2 y 3 que se preparó en la parte dos.
6. Tapar firmemente los tres tubos de ensaye (tubos 2 y 3 de la parte dos y el tubo muestra B de la parte tres) y agitar vigorosamente. Destapar los tubos y permitir a las disoluciones reposar por varios minutos. Anotar todas las observaciones percibidas en el cuaderno de notas.

REPORTE

Estas preguntas son incluidas en el manual para ayudar a preparar el reporte y sus respuestas deben estar incluidas en la parte de análisis y discusión de resultados.

- **De la parte 1**

1. Dar una descripción física del producto obtenido.
2. Reacción de síntesis completa y balanceada.
3. Rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend) de la reacción realizada.
4. Completar las ecuaciones que describen la formación en pasos del complejo tris-(acetilacetonato) hierro (III) $[Fe(acac)_3]$, usando la ecuación 2.2 como el primer paso.

- **De la parte 2**

5. Explicar el cambio de pH observado cuando la acetilacetona se agrega a una disolución de iones férricos acuosos. (Disolución 2)
6. Escribir una expresión de equilibrio que describa la reacción de acetato de sodio (CH_3CO_2 Na, pK_a = 4.74) con la acetilacetona. Indica las especies conjugadas (ácidos y bases conjugados).
7. La adición de acetato de sodio (disolución 3) (i) incrementa el pH de la disolución y (ii) resulta en una mayor producción de $[Fe(acac)_3]$. Razonar acerca de estas observaciones, describiendo el efecto de la adición de acetato de sodio en la ecuación balanceada para la formación del complejo tris-acac hierro. (Refiérase a la expresión de equilibrio en cuestión y aplicar el principio de Le Chatelier.)

- **De la parte 3**

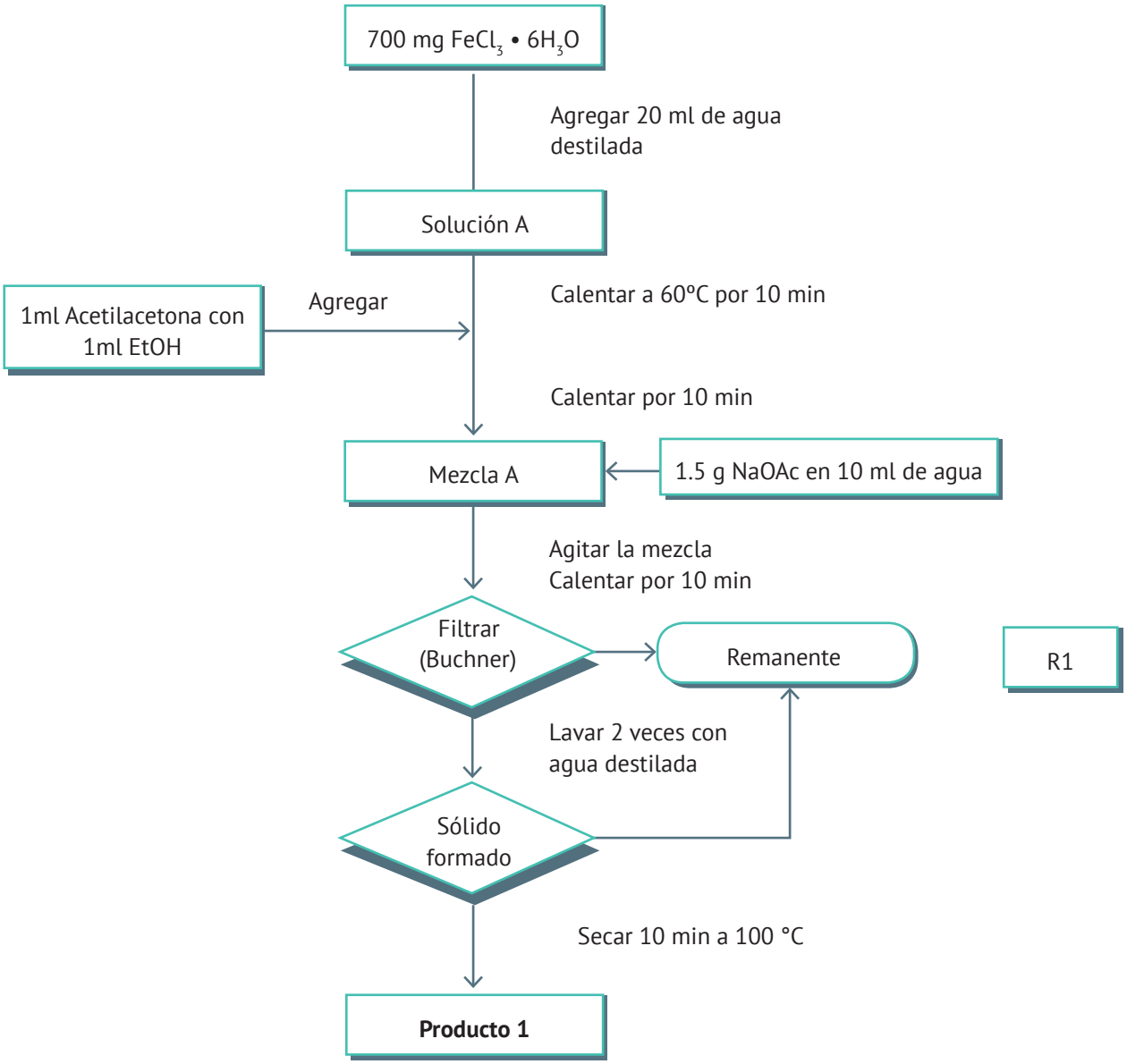
8. ¿Se puede tomar la intensidad del color de las disoluciones como una guía acerca de la concentración? ¿Qué capa en el tubo de ensaye B, la capa de arriba (agua) o la capa del fondo (diclorometano), contiene más $[Fe(acac)_3]$? ¿Por qué?
9. Los iones complejos intermedios en este experimento son $[Fe(acac)(H_2O)_4]^{2+}$ y $[Fe(acac)_2(H_2O)_2]^{+}$. ¿Cabría esperar que estos complejos sean más solubles en la capa de arriba (agua) o en la capa del fondo (diclorometano)? ¿Por qué?
10. Explicar la apariencia de las capas en el tubo de ensaye 2.
11. El tubo de ensaye 3 es idéntico al tubo de ensaye 2 salvo la adición de acetato de sodio. Comparar la apariencia de las capas en éstos tubos de ensaye y explicar cualquier diferencia

BIBLIOGRAFÍA

[1] Douglas, B. E., McDaniel, D. H. & Alexander, J. J. (1994). *Conceptos y modelos de química inorgánica*. Barcelona: Reverté.
[2] Huheey, J., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). Química inorgánica: *Principios de estructura y reactividad*. Harla.
[3] Bailar, J. C. (1956). *The chemistry of coordination compounds*. New York: Reinhold.
[4] Robbins, J. (1972). *Ions in solution*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.
[5] Porterfield, W. W. (1993). *Inorganic chemistry: A unified approach*. USA: Academic Press.

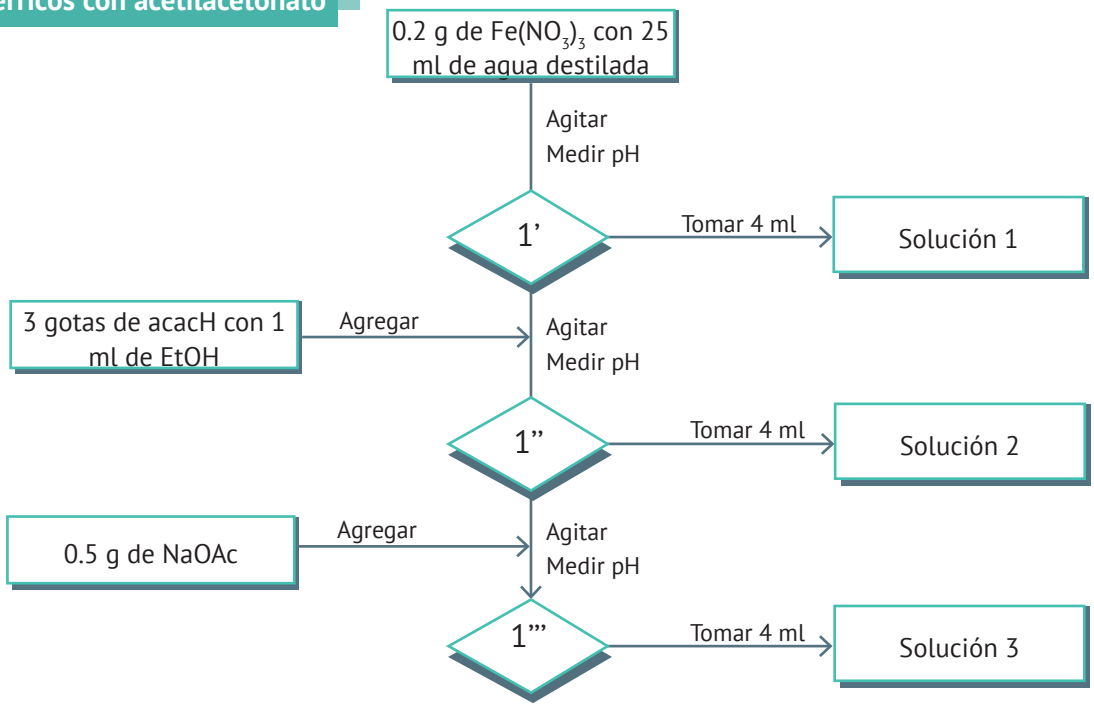
MAPAS ECOLÓGICOS

Preparación de tris-(acetilacetonato) hierro (III)

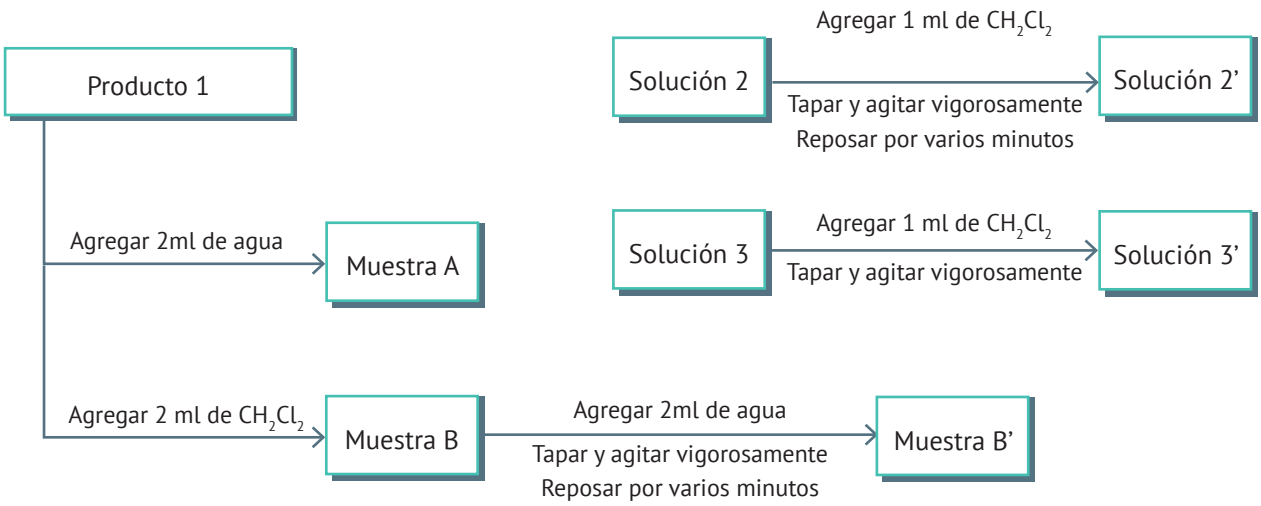


Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento

Efecto del pH en la formación de los complejos férricos con acetilacetonato



Solubilidad de los complejos férricos con acetilacetonato



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento

3

NÚMERO DE COORDINACIÓN COMPLEJOS DE COBRE (II)-OXALATO

(Sesión 1)

OBJETIVOS

Familiarizar al alumno con las técnicas de preparación de compuestos de coordinación, así como preparar un complejo de cobre (II) con número de coordinación cuatro con un ligante bidentado.

INTRODUCCIÓN

Los compuestos de los metales de transición siempre han sido de especial interés para los químicos inorgánicos. Parte de este interés radica en identificar cómo están estos iones metálicos, cuántas especies tiene a su alrededor y cómo están ubicados o distribuidos los ligantes que los rodean.

Todo lo anterior tiene mucho que ver no sólo con las propiedades físicas, sino también con las propiedades químicas y toxicológicas de la sustancia. Por ello, es necesario identificar y cuantificar cada una de las partes que componen al sistema complejo. Así, es de suma importancia conocer cómo están acomodados los ligantes alrededor de un centro de coordinación, con el fin de comprender las propiedades tanto físicas como químicas que manifiesta la sustancia de interés.

Una característica importante es el número de coordinación alrededor de un centro complejo, el cual no necesariamente coincide con el número de cierto ligante en particular, dado que depende del número y volumen que ocupan cada uno de los ligantes enlazados al metal, así como de la geometría y el estado de oxidación que adopta el centro del complejo y, como se vio en la práctica anterior, de las condiciones del medio para favorecer un complejo determinado.

En esta práctica se llevará a cabo la síntesis de un sistema complejo de cobre (II) con iones de oxalato como ligante, y moléculas de agua que también pueden actuar como ligante. No obstante, será en prácticas posteriores, y mediante la utilización de diversas técnicas de caracterización, el poder aceptar o rechazar la estructura del compuesto obtenido en esta práctica.

INVESTIGACIÓN PREVIA

Para un mejor entendimiento de la práctica a realizar es necesario que el alumno investigue:

- ¿Qué se entiende por número de coordinación de los complejos metálicos? Sustentar la respuesta
- ¿Qué factores determinan el número de coordinación en un complejo?
- ¿Cuáles son los números de coordinación más frecuentes y las geometrías más comunes que se presentan en los compuestos de coordinación? Explícalos y da ejemplos
- En general, ¿qué estados de oxidación presenta el cobre? ¿Cuál es el más predominante?
- ¿Cuales son los números de coordinación más frecuentes y las geometrías más comunes que presenta el ion Cu(II) en sus complejos?
- Investigar las propiedades físicas, químicas y toxicológicas, de los reactivos involucrados, así como su manejo.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

2 Vasos de precipitados de 100 ml.	$CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$
2 Matraces Erlenmeyer de 250 ml	$K_2(C_2O_4) \cdot H_2O$
1 Soporte universal	
1 Barra o agitador magnético	Agua destilada
1 Recipiente para baño maría	Hielo
1 Parrilla con agitación	
1 Matraz Kitasato	Bomba de vacío
1 Embudo Buchner	
1 Bureta de 50 ml	H_2SO_4 1.0 M
1 Papel filtro	$KMnO_4$ 0.02 M
1 Manguera para vacío	

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Síntesis del complejo $K_a[Cu_b(ox)_c] \cdot dH_2O$

1. En un vaso de precipitados de 100 ml, disolver 1.0 g de sulfato de cobre(II) pentahidratado en 5 ml de agua. Calentar en la parrilla a 90 ºC.
2. En otro vaso de precipitados de 100 ml, disolver 3 g de oxalato de potasio monohidratado en 20 ml de agua caliente.
3. Agregar rápidamente, y con agitación vigorosa, la disolución de cobre (II) a la disolución de oxalato de potasio.
4. La mezcla de reacción se enfría en un baño de hielo-agua (10°C).
5. El precipitado azul resultante se filtra y se lava rápidamente con 5 ml de agua helada. Enseguida se seca en una estufa a 70 ºC durante 15 min.
6. Pesar la cantidad de producto obtenido.

Parte 2: Determinación del contenido de oxalato

1. Pesar, lo más precisamente posible, 0.25 g de producto en un matraz Erlenmeyer de 250 ml y a continuación agregar 50 ml de ácido sulfúrico diluido (1 M) al matraz. Hacer esto por duplicado.
2. Calentar la disolución casi a ebullición (T > 80 °C) y titular con una solución de permanganato de potasio a 0.02 M. El fin de la titulación se da por una tonalidad rosa dada por un ligero exceso (1 gota) de la disolución de permanganato.

Nota: durante el inicio de la titulación, la solución se pone turbia o se opaca debido al complejo no disuelto. Esta se "limpia" (se hace translúcida) conforme avanza la titulación. Asegurarse de que la solución permanezca caliente, no en ebullición, conforme el punto final de la titulación se aproxime, dado que la reacción "en frío" se hace más lenta.

REPORTE

1. Descripción física del producto obtenido
2. Reacción de la síntesis completa y balanceada.
3. Rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend).
4. Sugerir una posible estructura del compuesto obtenido.
5. Proponer un método espectroscópico, experimental o instrumental, que permita aceptar, refinar y/o rechazar la estructura propuesta.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G. (2006). *Química inorgánica*. México: Pearson Educación.

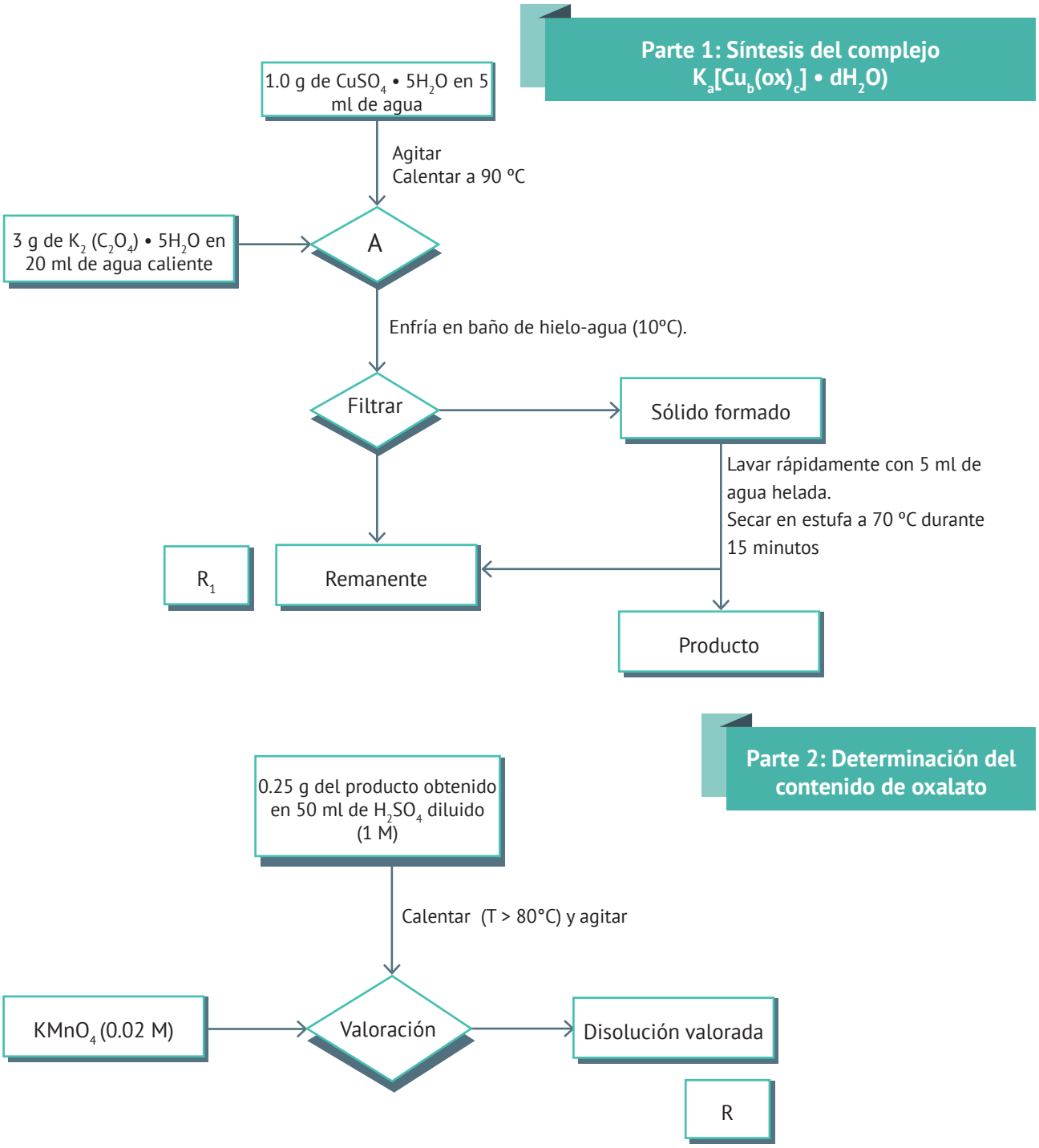
[2] Huheey, J., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica*: *Principios de estructura y reactividad*. Harla.

[3] Platt, A. W. G. (2003). *Inorganic experiments*. En Woollins J. D. (ed.). Weinheim: Wiley-VCH.

[4] Kettle, S. F. A. (2000). *PPysical inorganic chemistry*: *A coordination chemistry approach*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[5] Porterfield, W. W. (1993). *Inorganic chemistry*: *A unified approach*. USA: Academic Press.

MAPAS ECOLÓGICOS



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

4

ISOMERÍA GEOMÉTRICA
OBTENCIÓN DE cis- y trans-$K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$

(Sesión 1)

OBJETIVOS

Llevar a cabo la síntesis de dos isómeros geométricos de un compuesto de Cr(III) con número de coordinación seis y un ligante bidentado.

INTRODUCCIÓN

Inicialmente, en todos los compuestos de coordinación reconocidos se encontraban presentes átomos o iones de metales de transición, y por mucho tiempo se pensó que su formación era una característica propia de estos metales. El desarrollo de las teorías del enlace, el estudio de las propiedades de estos compuestos y el interés humano de descubrir nuevos horizontes permitieron encontrar otras sustancias que tienen la misma composición pero diferente disposición de sus átomos y, por ende, distinto comportamiento químico. A estos compuestos se les denomino isómeros.

La isomería es un rasgo característico de los compuestos de coordinación. Aunque los isómeros están compuestos de la misma colección de átomos, difieren en una o más propiedades físicas, como color, solubilidad, velocidad de reacción o comportamiento redox con cierto reactivo, lo que permite, al modular el comportamiento del centro metálico, ser utilizados en síntesis de nuevos productos tanto químio como estéreo-selectivos. Ejemplo de ello son los complejos de metales alcalinos o alcalino-térreos con los ligantes de éteres corona, en los cuales la especie química central esta inmersa en la cavidad de un anillo de tamaño conveniente y conteniendo varios grupos éter, como se puede observar en la figura 4.1, donde se presenta al ion potasio (azul) unido a los seis átomos de oxígeno (rojo) del ligante 18-corona-6, presentando una geometría octaédrica alrededor del átomo central:

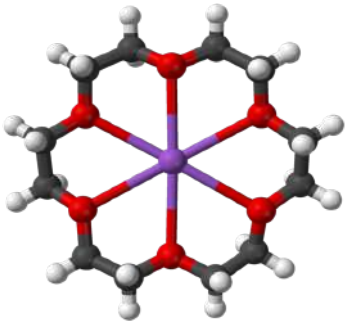


Figura 4.1 Ion potasio coordinado al ligante 18-corona-6

Sin embargo, no es el único caso de selectividad. Dado que los complejos metálicos tienen una amplia gama de ordenamientos que pueden adoptar, también los ligantes se pueden posicionar en forma distinta en estas estructuras. El cómo se ubiquen los ligantes no tiene ingerencia en la fórmula química sino en las propiedades físicas y químicas que presente el complejo en su conjunto.

De esta forma, el objetivo de esta práctica es introducir uno de los conceptos básicos de la Química de Coordinación: la isomería geométrica. Para ello se llevará a cabo la reacción de Cr(III) con el ligante bidentado oxalato formando, mediante dos procedimientos diferentes, dos compuestos de coordinación, los cuales presentan este tipo de isomería. Así también se hará una introducción al estudio en disolución de la estabilidad termodinámica de estas especies por la importancia que la misma tiene para su aplicación.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Qué se entiende por isomería en los complejos metálicos?
- ¿Cuántos tipos de isomería se conocen y cuáles se aplican a los compuestos de coordinación? Describir brevemente cada uno de ellos.
- ¿Por qué se presenta la isomería geométrica y en qué tipos de compuestos se presenta?
- Leer cuidadosamente la práctica y explicar qué tipo de reacción se efectúa.
- En general, ¿qué es el cromo y qué estados de oxidación presenta? ¿Cuál de ellos es el estado más estable?
- ¿Qué geometrías presenta el ion cromo (III) en sus compuestos?
- ¿Cuáles son las aplicaciones químicas, biológicas e industriales más importantes de los compuestos con cromo? Puntualizar al menos tres compuestos con cromo en cada caso.
- Leer cuidadosamente la práctica y escribir:
    a. La reacción de la síntesis completa y balanceada.
    b. Además de coordinarse y ser un ligante bidentado, ¿qué otro papel desempeña el oxalato en la reacción en estudio?
- Investigar las propiedades químicas, físicas y toxicológicas, así como el manejo de todos los reactivos involucrados.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

1	Matraz Erlenmeyer de 50 ml	$C_2H_2O_4$ (Ácido oxálico)
2	Vasos de precipitado de 100 ml	$K_2Cr_2O_7$
1	Matraz Kitazato de 100 ml	
1	Vidrio de reloj	
1	Embudo Buchner	Etanol
2	Papel filtro	Pizeta (agua destilada)
1	Parrilla de calentamiento	
1	Agitador de vidrio	Balanza analítica
1	Varilla de vidrio	Bomba de vacío
	Manguera para vacío	

Nota: El dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) es un reactivo químico tóxico y altamente oxidante. Es necesario tener mesura durante su manejo.

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Obtención de *cis*-K $[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$ - 3 H_2O

Nota: Asegurarse de que el vaso de precipitado a emplear esté completamente seco.

1. En un vaso de pp. de 100 ml, mezclar 0.5 g de dicromato de potasio con 1.5 g de ácido oxálico.
2. Añadir una gota de agua destilada y tapar el vaso con el vidrio de reloj. Después de un corto periodo de inducción, se inicia una reacción vigorosa con desprendimiento de vapor de agua y CO_2.
3. Al producto de la reacción (líquido viscoso), se le añaden 5 ml de etanol con agitación constante hasta la solidificación, si ésta es lenta, se decanta el líquido y se repite al menos dos veces el proceso con etanol hasta que el producto esté cristalizado.
4. Filtrar y secar el producto obtenido al vacío. Observar los cristales detalladamente. Dibujar en la bitácora de trabajo la forma de los cristales y compararlos con los cristales del isómero trans- a obtener.
5. Pesar la cantidad de producto obtenido.

Parte 2. Obtención de trans-K $[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$ - 3 H_2O

Nota: en disolución existen en equilibrio los isómeros cis- y trans-, pero la baja solubilidad del isómero trans- hace que se deposite primero. Debe evitarse un enfriamiento rápido de la disolución para que el producto no se contamine con el isómero cis-.

1. En un vaso de pp. de 100 ml disolver 1.5 g de ácido oxálico con la mínima cantidad de agua hirviendo.
2. En un vaso de pp. de 100 ml disolver 0.5 g de dicromato de potasio en la mínima cantidad de agua caliente.
3. Agregar en pequeñas porciones, y de forma cuidadosa, la disolución de dicromato de potasio a la de ácido oxálico. El vaso se tapa después de añadir la disolución, ya que la reacción es violenta.
4. En una parrilla, evaporar la disolución hasta la mitad de su volumen original y dejar reposar, al menos, por un día a temperatura ambiente.
5. Filtrar los cristales, lavarlos con agua helada y alcohol. Observar los cristales al microscopio, o en su caso con una lupa. Dibujar en la bitácora o cuaderno de trabajo la forma de los cristales obtenidos.
6. Pesar la cantidad de producto obtenido.

REPORTE

1. Dar una descripción física de los compuestos obtenidos.
2. Reacciones de síntesis y balanceadas de ambas partes efectuadas.
3. Rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend.) tomando como base la cantidad de cromato empleado.
4. Explicar a qué se debe la diferencia de rendimiento entre las dos síntesis realizadas.
5. Experimentalmente, ¿cómo se puede comprobar la pureza, geometría y estado de oxidación, de los dos compuestos obtenidos en esta práctica?
6. Sugerir una explicación a las diferencias físicas entre los dos compuestos obtenidos.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G. (2006). *Química inorgánica*. México: Pearson Educación.

[2] Kettle, S. F. A. (2000). *Physical inorganic chemistry: A coordination chemistry approach*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[3] Huheey, J., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica: Principios de estructura y reactividad*. Harla.

[4] Sutton, D. (1968). *Spectra of transition metal complexes*. Mc Graw-Hill.

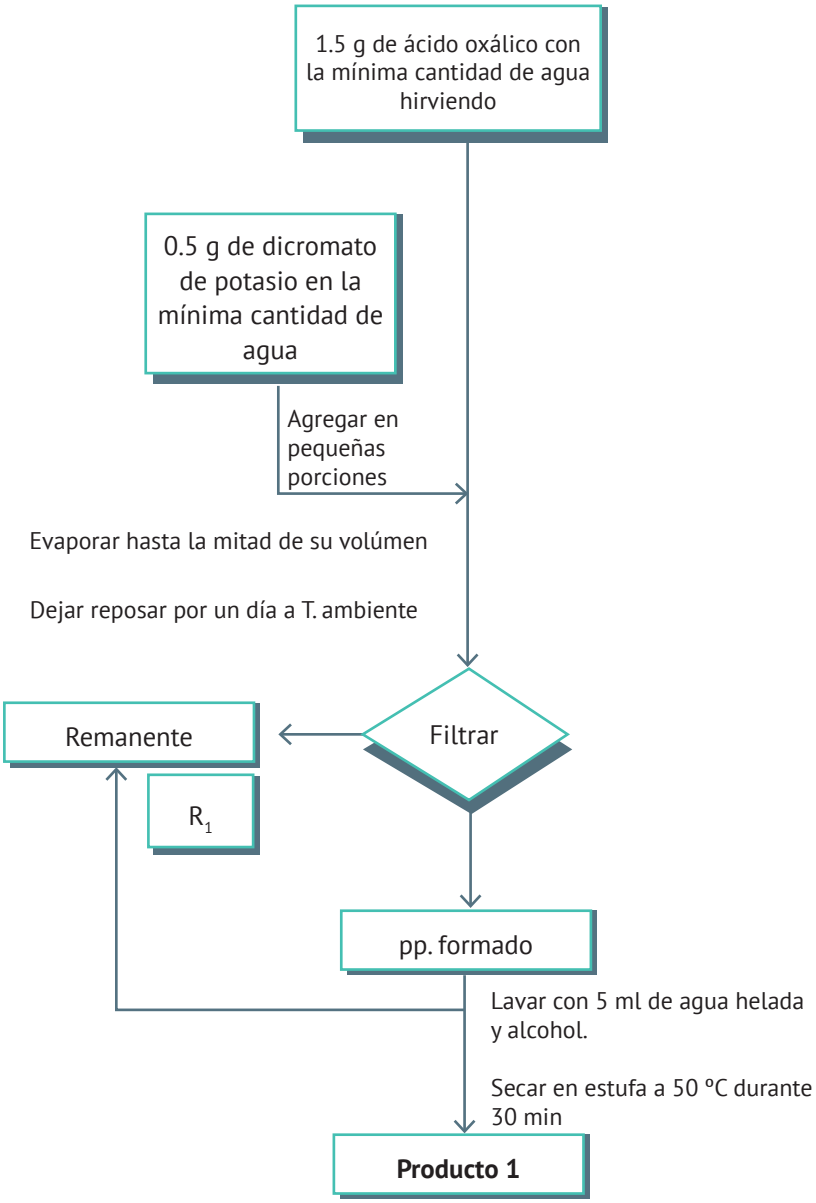
[5] Porterfield, W. W. (1993). *Inorganic chemistry: A unified approach*. USA: Academic Press.

[6] Dunne, T. G. (1967). *Spectra of Cr(III) complexes. An inorganic chemistry experiment. Journal of Chemical* Education, 44, 101.

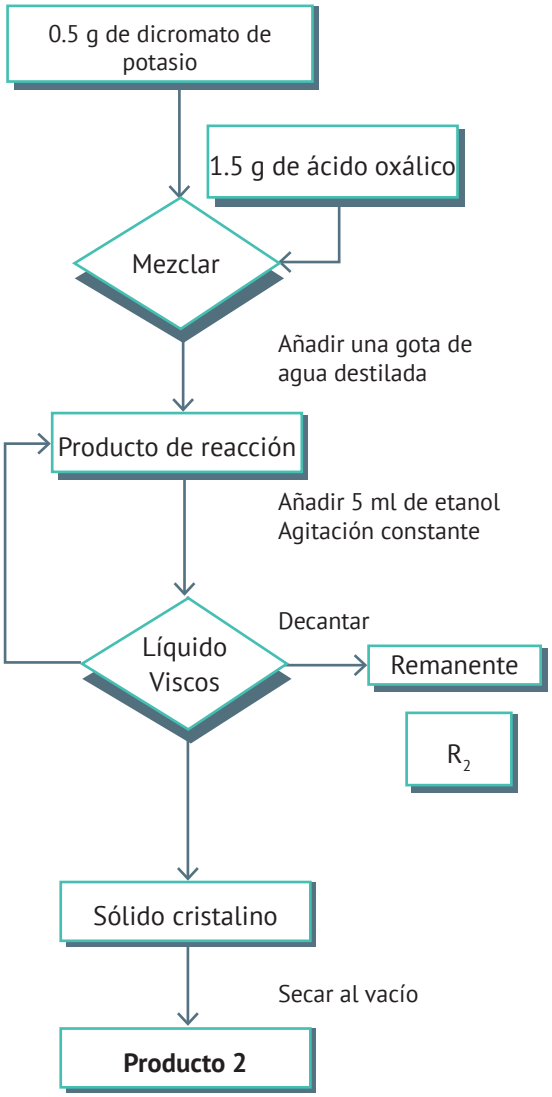
[7] Shalhoub, G. M. (1980). Co(acac)3 *Synthesis, reactions and spectra: An experiment for general chemistry*. Journal of Chemical Education, 57, 525.

MAPAS ECOLÓGICOS

Obtención de trans-$K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$ - 3 H_2O



Obtención de cis-$K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$ - 3 H_2O



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

5

ISOMERÍA DE ENLACE
COMPUESTOS DE COBALTO (III) - NITRITO

(2 sesiones)

OBJETIVOS

Observar y comprobar de manera física un tipo de isomería presente en compuestos de coordinación. Llevar a cabo la síntesis de dos compuestos de coordinación de cobalto (III) con ión nitrito como ligante.

INTRODUCCIÓN

Los elementos metálicos tienden a perder electrones, lo que da lugar a iones metálicos con carga positiva o cationes, sin embargo estos iones no están en forma aislada, por lo general interactúan con especies neutras o bien con iones con carga negativa o aniones. En ambos casos, la especie que se une al metal, denominada ligante, debe tener pares de electrones libres, lo que los hace actuar como bases de Lewis, que puede compartir con el catión y formar lo que se conoce como enlace covalente coordinado o enlace dativo e integrar un compuesto de coordinación. Pero muchas de las propiedades físicas y químicas de un compuesto complejo dependen de la forma en que el ligante se une a él, formando en muchos casos compuestos isoméricos.

En general existen diversos tipos de isomería, sin embargo, se pueden agrupar en dos amplias categorías: los isómeros estructurales, que se diferencian en la estructura básica o tipo de enlace (qué ligantes se unen al metal central y a través de qué átomos) y los estereoisómeros, los cuales tienen el mismo tipo y número de ligantes y el mismo tipo de unión, pero difieren en la forma en que los ligantes ocupan el espacio alrededor del metal central.

Dentro de la isomería estructural, en química de coordinación, se conocen muchos tipos diferentes. Uno de ellos es la isomería de enlace, que es un tipo relativamente raro -aunque interesante-. Se presenta cuando un ligante específico es capaz de coordinarse a un metal de dos maneras distintas. Por ejemplo, el ion nitrito (NO2-) se puede combinar a través de un átomo de nitrógeno o de oxígeno difiriendo con ello en sus propiedades físicas y químicas. De ahí la importancia, en muchos casos, de especificar el átomo por el cual se enlaza un ligante al centro de coordinación. Otro ligante capaz de coordinarse a través de uno de dos átomos donadores es el ion tiocianato (SCN-), cuyos átomos donadores potenciales son N y S.

Por todo lo anterior, es importante saber las propiedades de un metal al coordinarse con ligantes que tienen diversas formas de enlazarse y así poder encontrarle usos y aplicaciones cada vez más específicas.

INVESTIGACIÓN PREVIA

Para un mejor entendimiento de la práctica a realizar es necesario que el alumno investigue:

- ¿Qué tipo de ligantes son capaces de coordinarse de varias formas? Menciona algunos ejemplos.
- Mediante estructuras de Lewis, explica cómo el ion nitrito NO2- puede coordinarse.
- Se espera observar diferencias físicas en los productos a obtener en esta práctica, dependiendo de la forma de coordinarse el ion nitrito al metal. ¿Cuáles?
- Investiga las propiedades químicas, físicas y toxicológicas así como el manejo de todos los reactivos involucrados.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

2	Matraces Erlenmeyer de 50 ml	$[Co(NH_3)_5Cl]Cl_2$
3	Pipeta graduada de 2 ml	NH_4OH 6M
1	Pipeta graduada de 5 ml	NH_4OH concentrado
1	Propipeta	HCl concentrado
2	Embudos Hirsch	HCl 6M
1	Matraz Kitazato de 125 ml	HCl diluido (0.1 M)
1	Embudo Buchner	Éter etílico
2	Papel filtro	Etanol
1	Vidrio de reloj	Hielo
1	Parrilla con agitación	
1	Agitador magnético	Desecador
		pH-metro
	Mangueras p /vacío	Bomba de vacío

PROCEDIMIENTO
Indicaciones adicionales

- Cuando se trabaje con ácido clorhídrico o con hidróxido de amonio concentrado, hacerlo directamente en la campana de extracción.
- Secar, pesar y guardar en el desecador todos los productos obtenidos, dado que uno de ellos es inestable y se puede convertir, aún en estado sólido, en el otro isómero.
- Los productos obtenidos tendrán uso posterior en la determinación de la conductividad eléctrica y en la caracterización mediante susceptibilidad magnética (prácticas 8 y 12, respectivamente).

Parte 1. Isómero I

1. Adicionar 1 ml de hidróxido de amonio concentrado a 3 ml de agua destilada. Disolver en ésta misma disolución 250 mg de [Co(NH3)5Cl]Cl2. Si es necesario calentar suavemente la disolución.
2. Si la disolución presenta un precipitado (impurezas), filtrar a través de un embudo Hirsch. Posteriormente agregar gota a gota HCl 6M hasta que la disolución sea neutra (no debe ser alcalina).
3. Dejar enfriar a temperatura ambiente y añadirle 500 mg de NaNO2 y 0.5 ml de HCl 6M.
4. Colocar y mantener la disolución una hora en un baño de hielo.
5. Filtrar el producto tan rápido como sea posible. Posteriormente, lavarlo con una mezcla 1:1 de alcohol y agua helada y finalmente con éter. Dejar secar el producto de 3 a 5 min. en el embudo Buchner.
6. Pesar el producto obtenido y guardarlo en un desecador. Etiquetar bien el producto.

Parte 2. Isómero II

1. Disolver 250 mg de [Co(NH3)5Cl]Cl2 en 2 ml de agua destilada y posteriormente añadir 1 ml de hidróxido de amonio 6M.
2. Calentar la disolución hasta que la sal se disuelva. A continuación, si presenta impurezas, filtrar la disolución a través del embudo Hirsch. Dejar enfriar y acidificar con unas cuantas gotas de HCl diluido (hasta pH = 4).
3. Agregar 700 mg de NaNO2 y calentar suavemente hasta que el precipitado rojo que se forme se haya disuelto.
4. Dejar enfriar la disolución y adicionar cuidadosamente 2 ml de HCl concentrado (agitar el matraz, ya que se produce efervescencia).
5. Enfriar la disolución anterior en un baño de hielo.
6. Filtrar al vacío los cristales de color café-naranja y lavarlos con alcohol y finalmente con éter. Deja secar el producto de 3 a 5 min en el embudo Buchner.
7. Pesar la cantidad de producto obtenido, etiquetarlo y ponerlo en un desecador.

REPORTE

1. Descripción física de cada uno de los compuestos obtenidos.
2. Balancear la ecuación de síntesis de cada uno de los isómeros obtenidos.
3. Dar el rendimiento y calcular el porcentaje de rendimiento de cada síntesis, tomando como base la sal de cobalto (III) inicial.
4. Dar una posible explicación tanto de las diferencias físicas de los productos, como de la forma de síntesis empleadas en ambas síntesis.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Huheey, J., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica: Principios de estructura y reactividad*. Harla.

[2] Kettle, S. F. A. (2000). *Physical inorganic chemistry: A coordination chemistry approach*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[3] Nakamoto K. (1997). *Infrared and raman spectra of inorganic and coordination compounds*. USA: John Wiley & Sons.

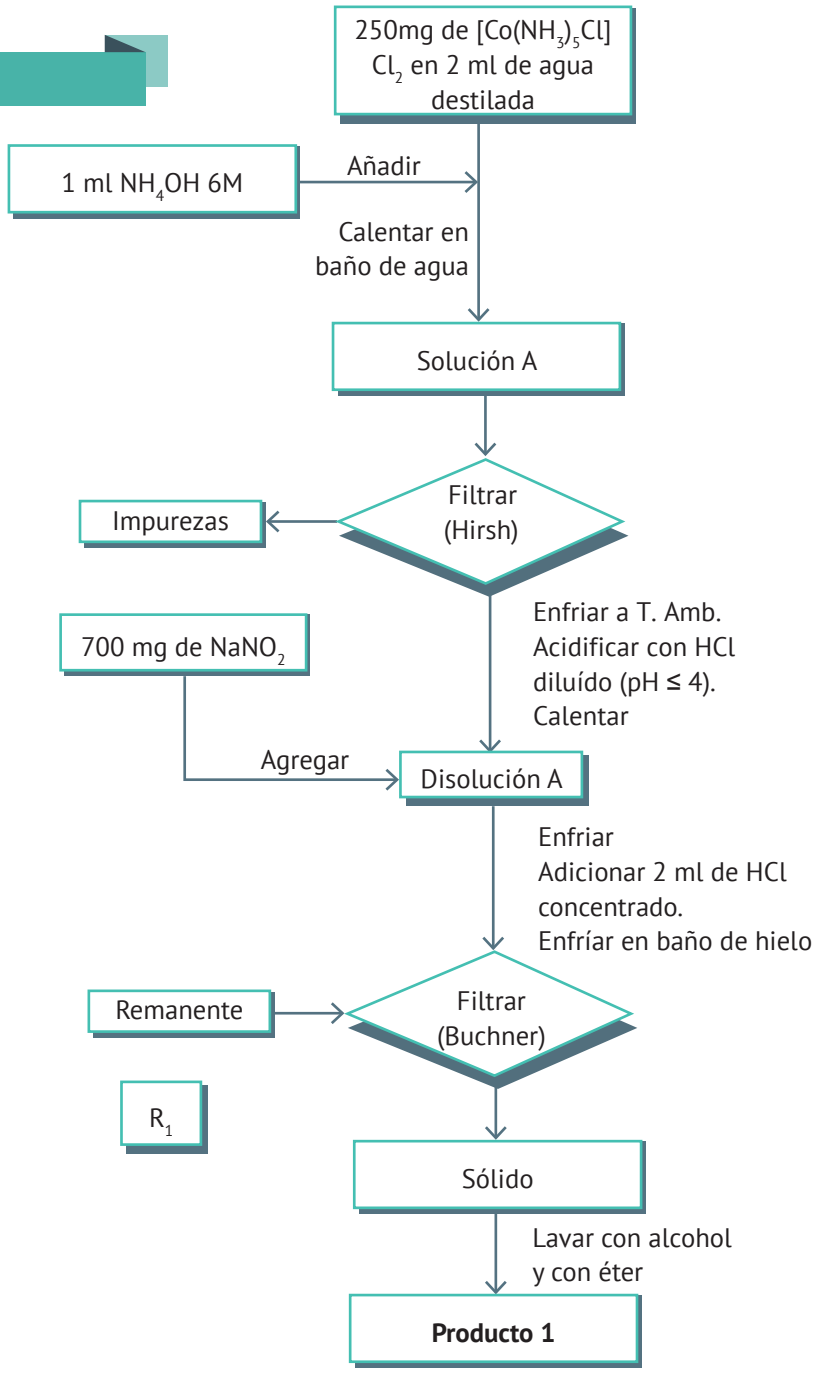
[4] Porterfield, W. W. (1993). *Inorganic chemistry: A unified approach*. USA: Academic Press.

[5] Hohmann, W. H. (1974). *A combined infrared and kinetic study of linkage isomers. An inorganic experiment*. Journal of Chemical Education, 51, 553.

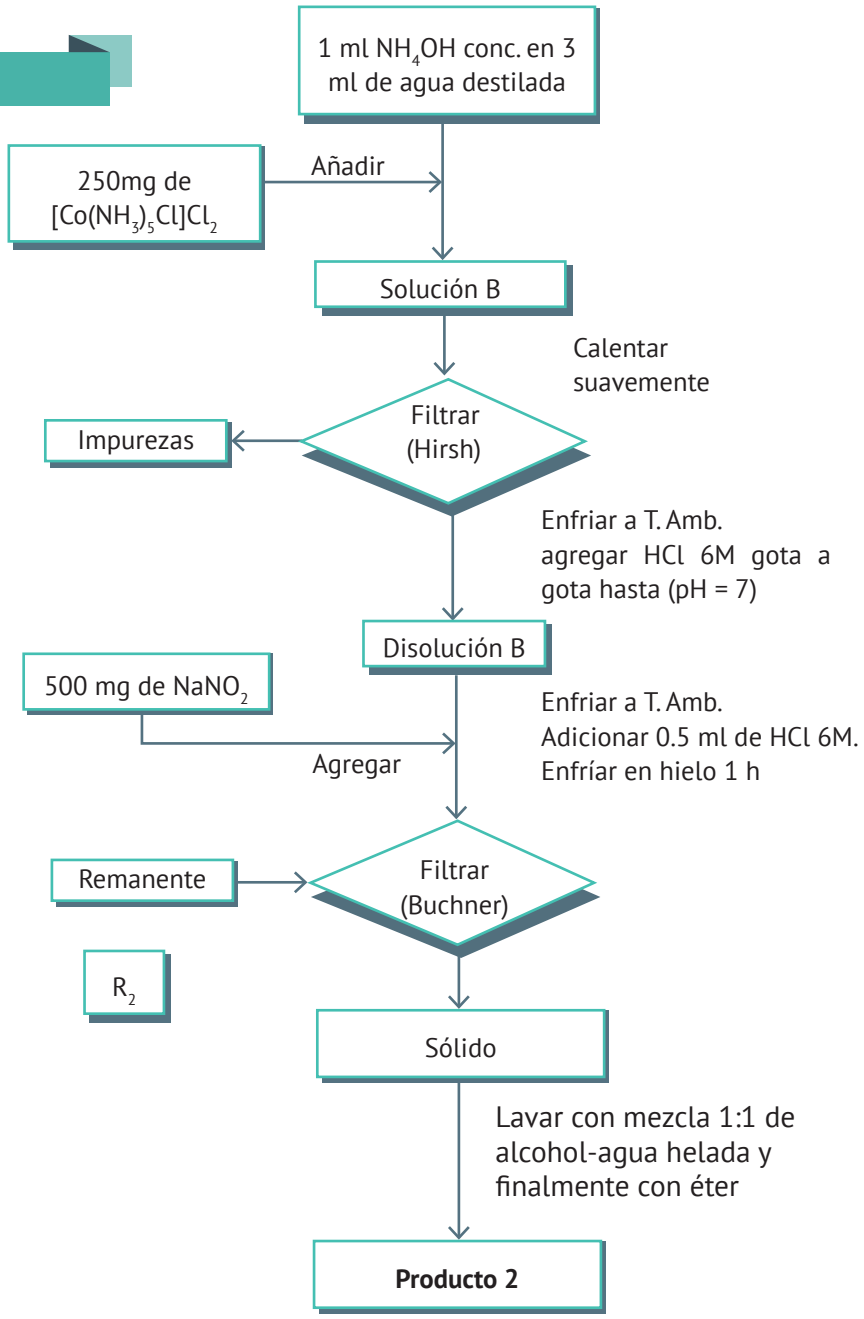
[6] Philips, W. M., Choi, S. & Larrabee, J. A. (1990). Kinects of pentaamminenitritocobalt (III) to pentaaminenitrocobalt (III) linkage isomerization. *Journal of Chemical Education*, 67, 267.

MAPAS ECOLÓGICOS

Isómero 1



Isómero 2



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

6

COMPLEJOS TIPO WERNER: AMINO-COMPLEJOS DE COBALTO (III)

(2 sesiones)

OBJETIVOS

Familiarizar al alumno con las técnicas de preparación de compuestos de coordinación y sintetizar dos complejos de cobalto (III), complejos tipo Werner, con un ligante bidentado.

INTRODUCCIÓN

En el siglo XIX se descubrieron una clase de compuestos inorgánicos cuyas propiedades y estructura no podían explicarse sobre la base de los conceptos de la valencia conocidos hasta ese momento. La composición de dichos compuestos era más compleja que lo usual: $CoCl_3 \bullet 6\ NH_3$, $Co(SCN)_2 \bullet 2NaSCN$ ó $KCl \bullet MgCl_2 \bullet 6H_2O$. Atendiendo a esta característica se les llamó "complejos", y su estudio y aplicación alcanzó tal nivel de desarrollo que en la actualidad constituye una de las grandes ramas de la Química Inorgánica: la Química de Coordinación.

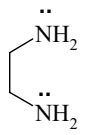
Los complejos o compuestos de coordinación, según el concepto clásico, se forman a partir de un mecanismo donador-aceptor o de una reacción ácido-base de Lewis entre dos o más especies químicas diferentes. Así, cualquier especie química, átomo o molécula neutra o con carga que pueda ceder un par de electrones, puede donar y formar el enlace se le denomina ligante y unirse a una especie aceptora, que generalmente tiene una capa electrónica incompleta, que acepta y comparte el par de electrones para formar el llamado enlace covalente coordinado, o enlace dativo.

Un grupo de relevante importancia son los compuestos de coordinación "clásicos", denominados complejos tipo Werner, ya que fueron descritos por primera vez por Alfred Werner en 1891, los cuales están formados por iones de los metales de transición, y típicamente involucran ligantes que se enlazan en una posición (monodentados) como Cl-, Br-, NH_3 o NO_2- y como ejemplo ilustrativo dentro de este tipo de complejos tenemos el cloruro de hexamincobalto (III), $[Co(NH_3)_6]Cl_3$:

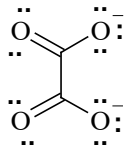
$$Co^{+3} + 6\ :NH_3 \rightarrow [Co(NH_3)_6]^{+3} \qquad (6.1)$$

Donde las moléculas de amoniaco actúan como ligantes, y se dice que están coordinadas al ion cobalto (III) el cual presenta un número de coordinación, o número de ligantes enlazados al ion metálico de seis, o bien a los complejos $[Ag(NH_3)_2]^+$, $[Fe(CN)_6]^{4-}$ y $[Cr(H_20)_6]^{3+}$, entre otros.

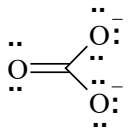
Dentro del mismo grupo de complejos tipo Werner se tienen a los formados con ligantes que en su estructura tienen dos sitios de unión (bidentados) como etilendiamina (en $NH_2CH_2CH_2NH_2$), oxalato (ox $^-O_2CCO_2^-$) y carbonato (CO_3^-) cuya estructura se muestra en la siguiente figura:



Etilendiamina



Oxalato



Carbonato

Figura 6.1: Estructura de algunos ligantes bidentados de uso común

Como prototipo de complejos pertenecientes a este grupo tenemos a los iones $[Mn(en)_3]^{2+}$ y $[Co(ox)_2(NO_2)_2]^{+}$, por mencionar algunos.

En general, los compuestos de coordinación están involucrados en muchos procesos tanto industriales como biológicos. Ejemplos de esto último tenemos a la hemoglobina y la clorofila, los cuales son compuestos de coordinación de hierro y magnesio, respectivamente y son el componente activo en muchos sistemas biológicos.

Pero, sin duda, un caso especial son los complejos con cobalto (III) que, junto con la química de Cr(III), es una de las más extensas en química de coordinación y dentro de la química contemporánea en general.

En el caso de los complejos con cobalto, se encuentran las cobalaminas, o vitamina B, la cual es un complejo de cobalto (III) hexacoordinado, donde cuatro posiciones de coordinación están ocupadas por un anillo macrocíclico de corrina, el cual presenta una cadena lateral compuesta por una amida, un grupo fosfato, una ribosa y un nucleótido (5,6-dimetilbenzimidazol), siendo este último el que se ubica en la quinta posición, en tanto que la sexta posición, posición axial donde se completa la esfera de coordinación del ión metálico, se enlaza un ligante monodentado (cuando se coordina un grupo ciano CN^- se le conoce como cianocobalamina o vitamina B_{12}).

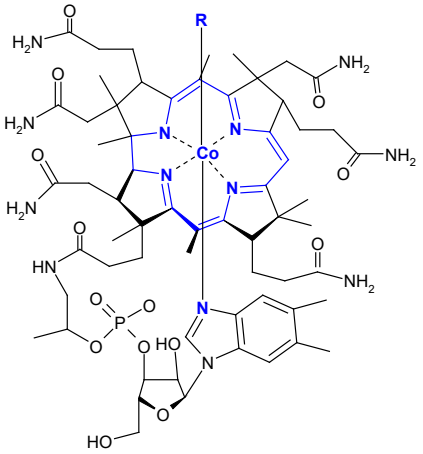


Figura 6.2. Complejo cobalamina (vitamina tipo B)

Así, el objetivo fundamental de la práctica, además de repasar los conceptos básicos de las teorías propuestas por Werner y Jørgensen, es introducir al alumno en las técnicas de preparación de compuestos de coordinación mediante la síntesis de dos compuestos de cobalto (III) con un ligante bidentado (etilendiamina).

INVESTIGACIÓN PREVIA

- De forma breve, describir las teorías de Werner y Jørgensen relacionadas con la estructura de los compuestos de coordinación
- Desarrollar las principales reglas en la nomenclatura de los complejos y poner ejemplos ilustrativos.
- ¿Es lo mismo valencia, número de oxidación y numero de coordinación? Explicar ampliamente y ejemplificar cada uno de estos conceptos.
- En una reacción química, ¿qué es reactivo limitante y qué se conoce como reactivo en exceso?
- En una reacción química, ¿qué es el rendimiento y porcentaje de rendimiento? Ejemplificar cada uno de estos conceptos.
- ¿Cuáles son los principales estados de oxidación, números de coordinación, geometrías y reactividad que presenta el ión cobalto tanto en forma divalente como trivalente?
- Leer cuidadosamente la preparación de los complejos que se van a sintetizar y explicar:
  a. El grado de oxidación del cobalto antes y después de la reacción.
  b. ¿Cuál es el propósito de agregar peróxido de hidrógeno a la disolución?
  c. El propósito de lavar con alcohol.
  d. El propósito de lavar con éter.
- Las propiedades físicas, químicas y toxicológicas, así como el manejo de todos los reactivos involucrados.

Recordar que la investigación previa es necesaria para un mejor entendimiento del fenómeno a realizar y debe discutirse en el laboratorio y entregarse al profesor antes que el experimento comience a realizarse en el laboratorio.

Nota: se requiere que el alumno traiga, para realizar la práctica, un frasco con agua oxigenada (peróxido de hidrogeno al 30 % w/v), comprado recientemente.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

2	Vasos de precipitado de 50 ml	$CoCl_2 \cdot 6\ H_2O$
3	Pipetas graduada de 5 ml	en (etilendiamina) en agua al 10 %
1	Recipiente para baño maría	H_2O_2 (peróxido de hidrógeno) al 30% (w/w)
1	Agitador de vidrio	HCl concentrado
1	Parrilla con agitación	HCl 6 M
1	Agitador magnético	Etilendiamina al 99%
1	Termómetro	
4	Papel filtro	Alcohol etílico
1	Embudo Buchner	Éter etílico
1	Matraz Kitasato de 125 ml	Hielo
1	Pizeta	
1	Embudo de Hirsch	Bomba de vacío

Indicaciones adicionales

- Cuando se trabaje con ácido clorhídrico concentrado, hacerlo en la campana de extracción.
- Secar, pesar y guardar todos los productos obtenidos para su uso posterior en la caracterización gravimétrica y conductimétrica de complejos (práctica 8), de susceptibilidad magnética (práctica 12) y en el estudio de cinética y estabilidad de compuesto de coordinación (práctica 14).
- Procurar que la disolución de etilendiamina no toque la piel o la ropa, ya que es toxica. En caso de que así ocurra, procurar lavar el área afectada inmediatamente con mucha agua e informar al profesor sobre este percance.
- Preguntar al laboratorista o al profesor encargado sobre el recipiente para la disposición de los residuos. No tirar a la tarja.

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Síntesis del complejo trans- $[Co(en)_2Cl_2]Cl$

1. En un matraz Erlenmeyer de 50 ml, disolver 1.0 g de cloruro de cobalto (II) · 6 H_2O en 1.0 ml de agua y agregar lentamente, con agitación, 4.0 ml de una disolución de etilendiamina en agua al 10% (w/v).
2. La disolución es enfriada de 0 a 5 °C en un baño con hielo y agregar lentamente 1.5 ml de una disolución de peróxido de hidrogeno al 30% (w/v) (evita el contacto de esta disolución con tu piel), en porciones de 0.5 ml
3. La disolución será calentada de 70 a 80 °C de 15 a 20 minutos.
4. Posteriormente, agregar 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, manteniendo la agitación.
5. Después, la disolución es evaporada a una tercera parte de su volumen con agitación ocasional en el baño de agua. Durante el calentamiento, la disolución rojo oscuro cambiará a un color verde y aparecerán progresivamente pequeños cristales verdes.

6. La disolución es enfriada en un baño de agua con hielo, agregando 3 ml de alcohol etílico con agitación y con enfriamiento continuo durante 10 minutos.
7. Los cristales verdes son filtrados y lavados con una pequeña cantidad de alcohol etílico. El producto resultante es clorhidrato del cloruro de trans-dicloro-bis-(etilendiamina) cobalto(III): trans- $[CoCl_2(en)_2]Cl \cdot HCl$.
8. Con una espátula, despegar el papel filtro con el producto obtenido y volver a disolver en el mínimo volumen de agua. Filtrar nuevamente y posteriormente adicionar 3 ml de etanol.
9. El sólido formado es ahora trans- $[CoCl_2(en)_2]Cl$. Despegar el papel filtro y depositarlo encima de un vidrio de reloj. Colocar el vidrio dentro de la estufa a 90 ºC por 10 min. y secar el producto.
10. Pesar la cantidad de producto obtenido.

Nota: El producto puede estar contaminado con cloruro de tris (etilendiammin) cobalto (III). Para asegurar una remoción completa del cloruro de hidrogeno, el sólido puro debe ser calentado toda la noche a 110 °C. Si la disolución rojo oscura no cambia a verde cuando el ácido es adicionado, concentrar la disolución en una cápsula de evaporación en un baño de agua hirviendo, y agregar 1 ml de ácido hidroclórico concentrado antes de enfriar.

Parte 2: Síntesis del complejo $[Co(en)_3]Cl_3$

1. Disolver, en un vaso de precipitado de 50 ml, 1 ml de etilendiamina concentrado en 2 ml de agua. Esta mezcla se mantiene en hielo y se le agrega 1.0 ml de HCl 6M con agitación constante.
2. En un vaso de pp. de 50 ml se disuelve 1.0 g de $CoCl_2.6H_2O$ en 4 ml de agua
3. Adicionar la disolución con Co(II) al vaso con la etilendiamina.
4. Enseguida agregar 5.0 ml de peróxido de hidrógeno al 30%. Continuar con la agitación por varios minutos hasta que la efervescencia haya terminado.
5. Posteriormente, poner la disolución en la parrilla y evaporar hasta obtener un volumen aproximado de 4 ml, no menos de este volumen, ya que se forma el subproducto de color verde.
6. Adicionar 3 ml de HCl concentrado y enseguida agregar 10 ml de etanol.
7. Enfriar en hielo agitando la disolución y filtrar el precipitado. Lavar dos veces con éter, aproximadamente 2 ml cada vez.
8. Poner el sólido amarillo obtenido en un vidrio de reloj y ponerlo a secar en la estufa a 90 °C por 10 min.
9. Pesar la cantidad de producto obtenido.

REPORTE

1. Descripción física de los compuestos obtenidos.
2. Descripción de la reacción de la síntesis completa y balanceada.
3. ¿Se utilizaron cantidades estequiométricas de reactivos?
4. Rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend.), tomando como base la cantidad de $CoCl_2$ $6H_2O$ empleado.
5. Posible número de coordinación y estado de oxidación del átomo central en los compuestos obtenidos.

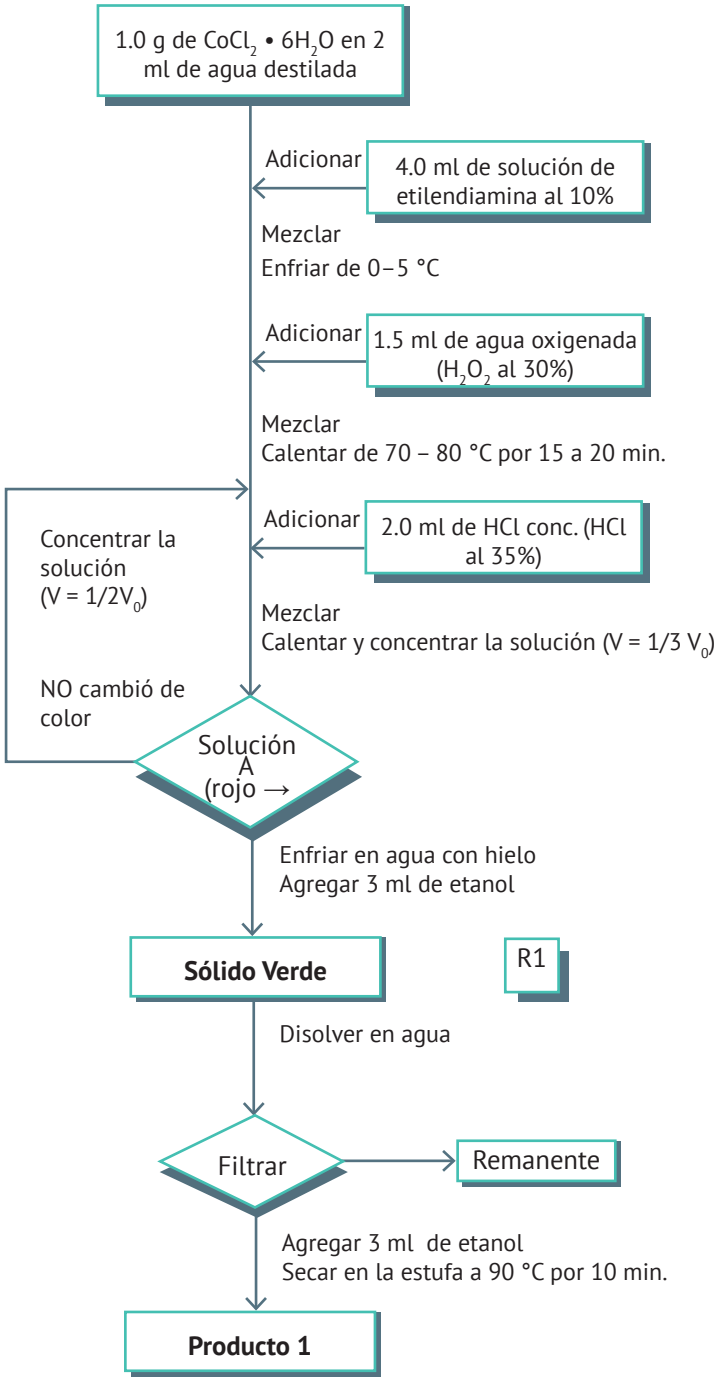
6. Sugerir una estructura que pudiesen representar a los compuestos obtenidos.
7. Proponer un método o un procedimiento para el análisis de dichos compuestos.
8. Usando la teoría unión valencia, describir la geometría, fórmula e hibridación que pudiesen presentar los compuestos obtenidos en la presente práctica.

BIBLIOGRAFÍA

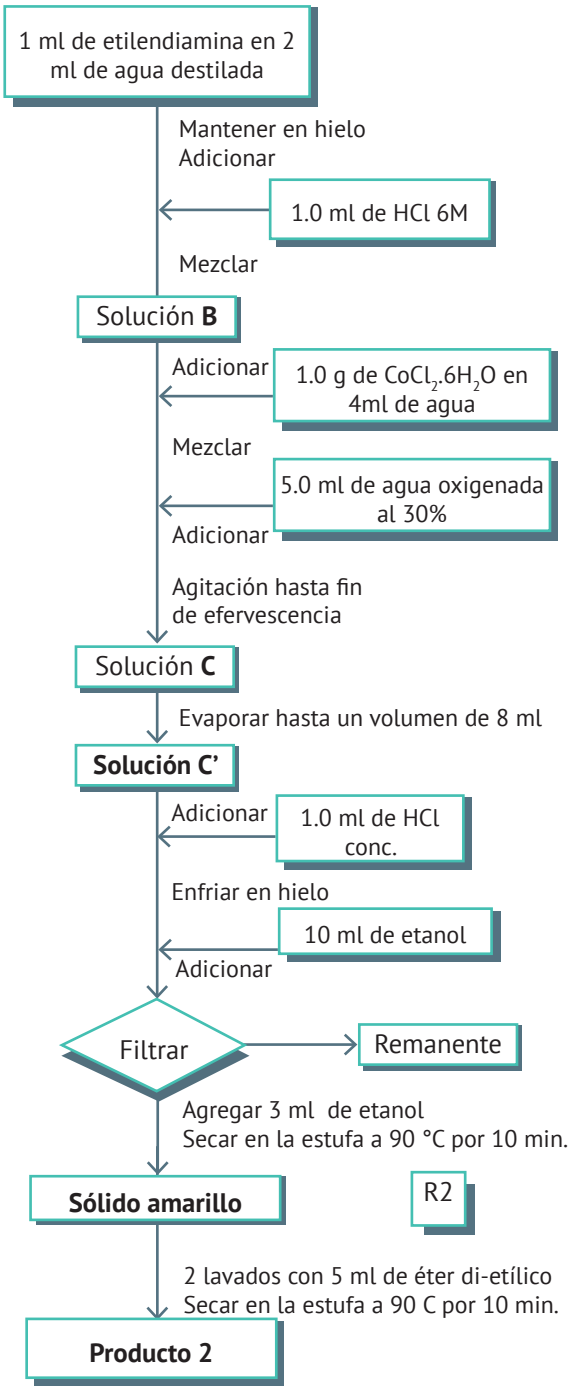
[1] Rodgers, G. E. (2000). *Química inorgánica*. Mc Graw Hill.
[2] Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G. (2006). *Química inorgánica*. Pearson Educación.
[3] Huheey, J. E., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Inorganic chemistry: Principles of structure and reactivity*. USA: Harper Collins.
[4] Tanaka, J. & Suib, S. L. (1998). *Experimental methods in inorganic chemistry*. USA: Prentice Hall.
[5] Bailar, J. C. (1946). *Inorganic syntheses*. En Frenelius W. C. (ed.). McGraw-Hill.
[6] Brown, D. D. & Ingold, C. K. (1953). Mechanism, kinetics, and stereochemistry of octahedral substitutions. Part I. Edge-displacement as a hypothesis linking mechanism with stereochemistry of substitution. *Journal of Chemical Society,* 2674-2680.
[7] Brown, D. D. & Nyholm, R. S. (1953). Mechanism, kinetics, and stereochemistry of octahedral substitutions. Part III. Steric course of some unimolecular substitutions in the cis-dichlorobisethylenediaminecobalt(III) ion. Journal of Chemical Society, 2696-2701.
[8] Bosnich, B., Ingold, C. K. & Tobe, M. L. (1965), *J. Chem. Soc.*, 4074.

MAPAS ECOLÓGICOS

Síntesis de trans -$[Co(en)_2Cl_2]Cl$



Síntesis de $[Co(en)_3]Cl_3$



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

7 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN EN EL VISIBLE

(1 sesión)

OBJETIVOS

Conocer los conceptos básicos de espectroscopia a fin de utilizar el espectrofotómetro de absorción en el visible y obtener un espectro de absorción. Todo ello aplicado al estudio de especies complejas lábiles de Níquel (II) en disolución acuosa.

INTRODUCCIÓN

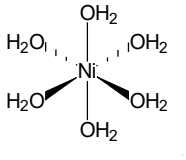
Químicos que investigan la estructura de nuevos compuestos, cosmólogos interesados en la formación del Universo, bioquímicos interesados en la función de enzimas, y casi todo científico experimental, usa la espectroscopia para obtener información sobre su tema de estudio.
La espectroscopia era una técnica instrumental en el advenimiento de la mecánica cuántica moderna y ciertamente ha cambiado profundamente la manera en que los científicos perciben el Universo. Por ello, como estudiantes de ciencias, es importante ganar suficiente conocimiento básico de este asunto.

En esta práctica se podrá usar un espectrofotómetro y aprender algunos de los principios de espectroscopia de absorción. Se estará usando una porción del espectro electromagnético que es visible al ojo humano y normalmente se llama luz (o luz visible).

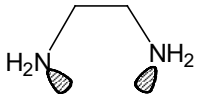
Aunque la luz visible abarca sólo una porción muy pequeña del espectro electromagnético, se puede obtener de ahí una gran cantidad de información. Esta espectroscopia, mejor conocida como espectrofotometría, se puede utilizar dadas sus múltiples aplicaciones. En esta práctica se empleará para estudiar el sistema Níquel (II), o etilendiamina (en), el cual dependiendo de su composición puede presentar varias especies lábiles en disolución, siendo posible, mediante esta espectroscopia, identificar y cuantificar dichas especies.

A continuación, y de forma breve, se mencionará un tópico importante sobre este sistema.

Equilibrios en disolución de complejos de Ni2+. En agua, níquel (II) existe como el complejo lábil $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$:



$[Ni(H_2O)_6]^{2+}$



etilendiamina (en)

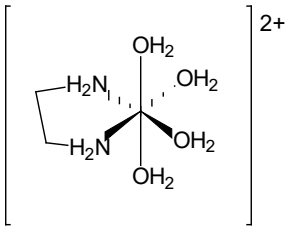
Con la adición de etilenediamina, en, a una disolución de Ni^2+ (ac) establece rápidamente los siguientes equilibrios:

$$[Ni(H_2O)_6]^{2+} + en \rightarrow [Ni(en)(H_2O)_4]^{2+} + 2\ H_2O$$

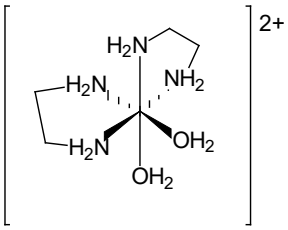
$$[Ni(en)(H_2O)_4]^{2+} + en \rightarrow [Ni(en)_2(H_2O)_2]^{2+} + 2\ H_2O$$

$$[Ni(en)_2(H_2O)_2]^{2+} + en \rightarrow [Ni(en)_3]^{2+} + 2\ H_2O$$

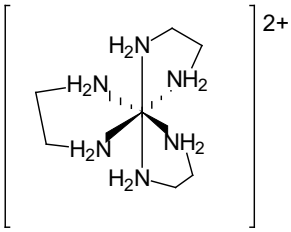
Cuyas estructuras en los cationes complejos Ni_2+ /H_2O/en se muestran a continuación:



$[Ni(en)(H_2O)_4]^{2+}$



$[Ni(en)_2(H_2O)_2]^{2+}$



$[Ni(en)_3]^{2+}$

Todas estas especies complejas son lábiles y coexistirán en disolución acuosa. La proporción relativa de estas cuatro especies (tres complejos de Ni^{2+} (ac) y en) depende de la cantidad de etilendiamina agregada a la disolución de Ni^{2+} (ac)* como se observa en la siguiente figura:

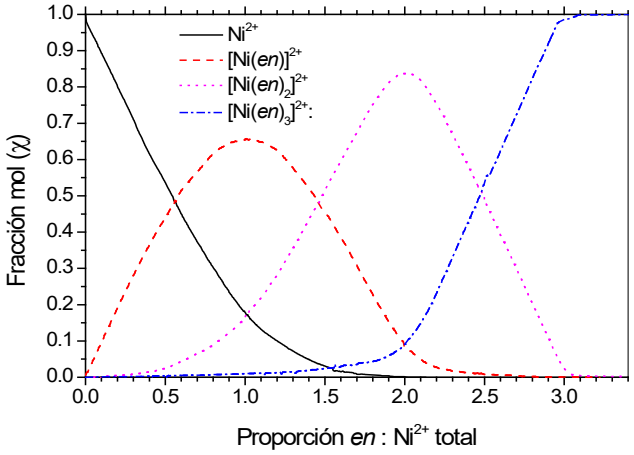


Figura 7.1: Diagrama de composición de una disolución variando relación ligante: metal. en: Ni^{2+} total ($[Ni^{2+}]_{total}$ = 0.10M)†.

En la figura, puede verse que cuando la fracción molar = 1.0, la composición de la disolución es:

$$Ni^{2+}\ (ac) = 0.173;\ [Ni(en)(H_2O)_4]^{2+} = 0.655 \text{ y } [Ni(en)_2(H_2O)_2]^{2+} = 0.172$$

En general, las disoluciones de muchos complejos de Ni^{2+} tienen una absorción máxima en el intervalo de 500-700 nm y la longitud de onda de máxima absorbancia (λmax) varía con el tipo y numero de ligantes coordinados al ion metálico Ni^{2+}. Así se espera que los iones complejos $[Ni(en)_3]^{2+}$, $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ y $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ tengan diferente valor de λmax, y por tanto un espectro característico.

En este experimento, la proporción molar total de en: Ni^{2+} varía, por tanto la composición de la disolución, en términos de las posibles especies complejas formadas, cambia, por lo que la absorbancia a diferentes longitudes de onda y el color de la disolución también cambiarán conforme se agregue en a una disolución de Ni^{2+} (ac).

*El término Ni^{2+} total se refiere a la cantidad total de todas las especies de níquel (II) presentes.

† Shakhashiri, B. Z., "Chemical Demonstrations: A Handbook for Teachers of Chemistry. Vol. 1", University of Wisconsin Press, 1992.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Qué es y cuál es la función de la espectroscopia? Definir ampliamente.
- Describir gráficamente los componentes de un espectrofotómetro.
- ¿Qué es un espectro de absorción?
- ¿Qué significan los máximos y mínimos de absorción en un espectro de absorción?
- ¿Qué es un punto isosbéstico?
- Las disoluciones acuosas de iones Níquel (II) son de color verde. ¿Qué color de luz absorben? ¿Qué color o colores está transmitiendo?
- Estimar el intervalo de longitud de onda en que se esperaría que las disoluciones de Ni(II) absorban fuertemente.
- De los datos siguientes, calcular el ε^{510} (coeficiente de absortividad molar a 510 nm) para las especies A y B (qué son las únicas dos especies en disolución).

A_{510}	Longitud de la celda (cm)	C_A (M)	C_B (M)
0.60	1.0	0.015	0.010
0.50	0.5	0.020	0.020

Nota: tener en cuenta que la absorción es una propiedad aditiva

- Anotar el equilibrio que se establecería si la la disolución del amoníaco concentrada se agrega lentamente a una disolución acuosa de Ni^{2+}.
- La constante de equilibrio, K_1, para el equilibrio:

$$[Ni(H_2O)_6]^{2+} + en \rightarrow [Ni(en)(H_2O)_4]^{2+} + 2\,H_2O \qquad (6.1)$$

Es escrita como:

$$K1 = \frac{[Ni(en)(H_2O)_4]^{2+}}{[Ni(H_2O)_6]^{2+}\ [en]} \qquad (6.2)$$

Esta se denomina como la primera constante parcial de formación para el sistema Ni^{2+} - en. Anotar las expresiones para la segunda y tercera constante de formación parcial, K_2 y K_3 para este sistema. ¿Se esperaría que el valor de K_1 sea menor de 1, aproximadamente 1, o mayor de 1? ¿Por qué?

- Investigar las propiedades químicas, físicas y toxicológicas así como el manejo de todos los reactivos involucrados.

Nota: Favor de traer seis hojas de papel milimétrico.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

4	Matraces volumétricos de 10 ml	$Ni(NO_3)_2$ 0.4 M
5	Matraces volumétricos de 25	en 1.0 M
2	Pipetas volumétricas de 5 ml	$NaNO_3$ 0.4M
1	Pipeta volumétricas de 1 ml	
2	Celdas para espectrofotómetro	Agua destilada
1	Propipeta	Espectrofotómetro

Indicaciones adicionales

- La etilenediamina (en) es cáustica. Evitar pipetear estas disoluciones con la boca y tener contacto de cualquiera de éstos reactivos con la piel o los ojos. En caso contrario, lavar el área afectada inmediatamente con mucha agua y consultar al profesor.
- Las instrucciones detalladas para operar el espectrofotómetro están disponibles con el laboratorista o cerca del instrumento. Las celdas a usar están hechas de vidrio (transparentes sobre 270 nm) y generalmente tienen una longitud de 1.00 cm. Antes de anotar cualquier espectro o valores del absorbancia, asegurarse que la disolución esté translucida y que las celdas estén libres de burbujas de aire (dar una palmadita ligera a las celdas en el lado áspero). Si se duda sobre cualquier aspecto del funcionamiento del instrumento, buscar la ayuda del profesor o del laboratorista.
- Para entender algunas de las reacciones siguientes es útil saber que el color de ambos iones Ni^{2+} (ac) y $Ni(OH)_2$ es verde.
- El espectrofotómetro que se usará es un instrumento caro y debe tratarse con cuidado si se quiere que produzca resultados confiables y exactos.
- No recargarse en él.
- Deben evitarse salpicaduras de cualquier sustancia hacia el equipo.
- Todas las disoluciones deben prepararse aparte y las celdas llenarse a distancia segura de los instrumentos.
- Las celdas generalmente tienen una longitud de 1.0 cm y cada una tiene su propio intervalo de trabajo. Hay en el mercado celdas hechas de distintos materiales.

Tipo de celda	Intervalo de trabajo (nm)
Cuarzo sílice	190–2500
Cuarzo natural	250–2500
Vidrio óptico	340–2600
Poli-estireno	320–1100

- Las celdas tienen dos caras opacas y dos caras transparentes. Las caras transparentes han sido cuidadosamente pulidas y no se deben tocar. Procurar tomar las celdas por las caras opacas.
- Para obtener resultados satisfactorios, se debe asegurar que las celdas están escrupulosamente limpias antes de usarlas. Antes de la clase deben ser lavadas con detergente y después enjuagarse con agua destilada, para que al realizar la práctica sólo se necesite enjuagarlas cuidadosamente con las disoluciones a ser estudiadas.
- Antes de registrar un espectro, verificar que la disolución en la celda de la muestra está bastante clara (translucida). El espectro obtenido no será satisfactorio si hay cualquier partícula o burbujas que floten en la celda o si hay alguna turbiedad (nubosidad) en la disolución. La dispersión de luz por las partículas o disoluciones turbias es muy imprevisible y probablemente ocasione un exceso en el valor de la absorción de luz. Verificar también que no haya humedad por fuera de las celdas. Estas deben limpiarse cuidadosamente con un papel suave. No usar toallas de papel áspero.
- Colocar todos los residuos en el recipiente proporcionado por el profesor o por el responsable del laboratorio.

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Espectro de absorción de Ni(II) - determinación de longitud de onda de máxima absorción ($\lambda_{máx}$)

Nota: Preparar una hoja de papel milimétrico en la que se pueda anotar la absorbancia de la disolución de Níquel (II) como función de la longitud de onda (λ), es decir, un espectro. Cada equipo necesitará producir un espectro. Este gráfico deberá incluir un título, las etiquetas para los ejes y detalles de las condiciones experimentales tales como la concentración de la especie y detalles de la disolución de referencia usada (pe). Disolución en blanco (para mayor información véase apéndice D).

1. Limpiar cuidadosamente dos celdas espectrofotométricas.
2. Preparar un "blanco" llenando una celda espectrofotométrica con la disolución de NaNO3 0.4 M. No sobrellene. (Estas celdas necesitan ser llenadas máximo al 80% de su capacidad)
3. Preparar una muestra llenando la segunda celda de la disolución de Níquel (II) de concentración 0.4 M.
4. Colocar las celdas en el portamuestras del espectrofotómetro. Las caras transparentes de las celdas deben ser perpendiculares al haz de luz.
5. Medir la absorbancia de la muestra entre 400 nm y 840 nm recordando reajustar a cero con el blanco a cada longitud de onda. Hacer las mediciones a intervalos de 10 nm. Anotar los resultados obtenidos en la tabla 7.1. Asimismo graficar las lecturas en papel milimétrico conforme se vayan obteniendo‡: eje y = Absorbancia (0.0 - 0.6 U. A.); eje x = concentración [x]. Tomar lecturas extras en la cercanía de los máximos locales (λmáx.). (Procurar seguir las instrucciones detalladas en el manual cercano al equipo), p. e. en el intervalo de 620 a 680 nm, así como tomar lecturas cada 10 nm. Si se obtienen valores de absorbancia > 1.0, consultar al profesor asignado al grupo.
6. No desechar las disoluciones de las celdas todavía.

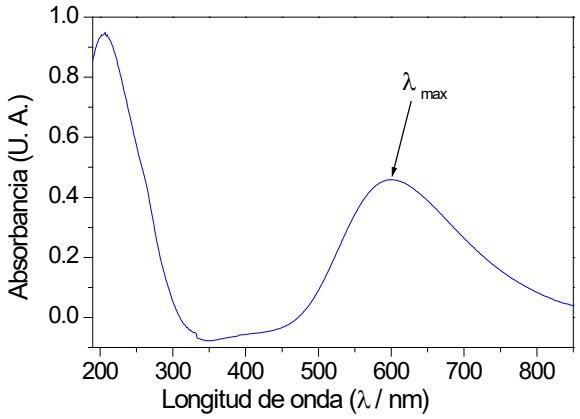


Figura 7.2: Representación esquemática de un máximo de absorción

‡ El uso de gráficas y tablas en el cuaderno de notas puede ayudar a organizar y comprender el trabajo experimental realizado.

Tabla 7.1 valor experimental de absorbancia en función de longitud de onda para la disolución de $Ni(NO_3)_2$

Longitud de onda (nm)	Absorbancia (U.A)	Longitud de onda (nm)	Absorbancia (U.A)	Longitud de onda (nm)	Absorbancia (U.A)
400	_____	560	_____	720	_____
420	_____	580	_____	740	_____
440	_____	600	_____	760	_____
460	_____	620	_____	780	_____
480	_____	640	_____	800	_____
500	_____	660	_____	820	_____
520	_____	680	_____	840	_____
540	_____	700	_____		

Parte 2. Relación entre la concentración y absorbancia (ley de Lambert-Beer) - Determinación de la constante de absortividad molar ($\varepsilon\lambda$) de un compuesto de coordinación.

Medir la absorbancia de las disoluciones de nitrato de Níquel (II) a diferentes concentraciones. Estas mediciones deben hacerse a una longitud de onda apropiada (λ_{max} obtenida de la parte 1) a fin de determinar si hay una relación simple entre la absorbancia y la concentración.

1. Calcular y preparar cuatro disoluciones de concentraciones dadas en la tabla 7.2, diluyendo la disolución de Níquel(II) con la disolución de $NaNO_3$ 0.4 M usando una pipeta volumétrica de 1 (o 5 ml), cuatro matraces volumétricos de 25 (o 50 ml) y la disolución de Níquel(II) 0.4 M. Anotar todos los cálculos realizados en el cuaderno de notas.
2. Medir la absorbancia de las cinco disoluciones a la longitud de onda máxima obtenida en la parte 1. Anotar los resultados en la tabla 7.2. Empezar las mediciones con la disolución más diluida minimiza los problemas causados por la contaminación de la celda por las disoluciones mas concentradas (esta es una estrategia estándar).

Disolución	1	2	3	4	5
Concentración (M)	0.4	0.3	0.2	0.1	0.05
Ni(NO3)2 agregado (ml)	10 ml				
NaNO3 agregado (ml)	---				
Absorbancia (U.A.)					

Tabla 7.2 Valor experimental de absorbancia en función de la concentración de Ni^{2+}(ac) presente.

3. Graficar los resultados obtenidos en papel milimétrico. Adicionar el gráfico a la bitácora de trabajo.

Parte 3. Determinación de los espectros de absorción de los complejos de níquel (II)

1. Usando la disolución de $Ni(NO_3)_2$ 0.4 M y la disolución de en 1.0 M proporcionada, preparar cuatro disoluciones en matraces volumétricos, de 10 ml, de composición:

Disolución	$Ni(NO_3)_2$ 0.4M (mL)	en 1.0 M (mL)	$NaNO_3$ 0.4 M (ml)	Relación en: Ni^{2+} total
i	3.0	0.00	7.0	
ii	3.0	0.50	6.5	
iii	3.0	1.00	6.0	
iv	3.0	2.00	5.0	
v	3.0	5.00	2.0	

2. Aforar estas disoluciones con la disolución de nitrato de sodio, $NaNO_3$, 0.2 M.
3. Obtener el espectro de cada una de estas disoluciones en el intervalo de 400-840 nm en el espectrofotómetro usando $NaNO_3$ 0.4 M como disolución de referencia (el ión nitrato tiene una banda de absorción a aproximadamente 300 nm y dominar esta región del espectro).

Sugerencia: graficar los datos obtenidos en una hoja de papel milimétrico para comparar los diferentes espectros. Marcar en esta grafica el intervalo en dónde aparecen los diferentes colores del espectro visible (véase la tabla 7.1).

Colocar la siguiente información acerca de las disoluciones en una tabla: $\lambda_{máx}$, A_{λ}, color, proporción molar y los posibles complejos presentes. Calcular el ε_{λ} para los máximos de absorción para el complejo en las disoluciones i e iv y agregar estos valores a la tabla.

Parte 4: Determinación de la composición de una solución Ni^{2+} acuoso/en

Se analizará una disolución problema que contiene una cantidad desconocida de las soluciones de en y Ni^{2+} empleadas en esta sesión experimental. Está disolución será etiquetada A o B y contendrá (principalmente) dos especies complejas como se listan en la siguiente tabla:

Tabla 7.3. Lecturas de Absorbancia* de soluciones de composición desconocida.

	Complejos presentes	A^{530}	A^{730}
A	$[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ y $[Ni(en)(H_2O)_4]^{2+}$	---	?
B	$[NI(en)_2(H_2O)_2]^{2+}$ y $[Ni(en)_3]^{2+}$	?	---

*Determine los valores denotados por los signos de interrogación.

Para ello se tiene que obtener, en el espectrofotómetro, un espectro electrónico de la solución desconocida en el intervalo de 280-850 nm y, con precisión, determinar la absorbancia de la solución desconocida a la longitud de onda proporcionada en la Tabla 7.3. De igual forma usar la disolución de $NaNO_3$ 0.4M como solución de referencia. Si se ha asignado el desconocido valor A, volver a medir la absorbancia de la solución de $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ (la solución i de la Parte 3) a esta longitud de onda y calcular el coeficiente de absortividad molar ε^{λ}. Si se tiene el desconocido valor B, determinar una vez más la absorbancia de la solución iv y el ε^{λ} de $[Ni(en)_3]^{2+}$ a la longitud de onda apropiada. Apuntar los resultados obtenidos en la siguiente tabla:

Tabla 7.4 Coeficiente de absortividad molar de los complejos de níquel a 530 y 730 nm.

Complejo	ε^{530}	ε^{730}
$[Ni(H_2O)_6]^{2+}$	-	?
$[Ni(en)(H_2O)_4]^{2+}$	-	4.28
$[Ni(en)_2(H_2O)_2]^{2+}$	3.59	-
$[Ni(en)_3]^{2+}$	?	-

*Use sus soluciones preparadas en la parte 3 para encontrar los valores denotados por los signos de interrogación

De las mediciones, y usando el coeficiente de absortividad molar medido, determinar las concentraciones de cada uno de las dos especies complejas involucradas.

REPORTE

1. Reportar las observaciones, tablas y graficas hechas en las varias partes del experimento, junto con cualquier interpretación de las mismas.

- **En la parte 2**:

2. ¿Puede haber una relación entre la absorbancia y la concentración? Describirlo.
3. Hacer la línea de mejor ajuste que pase a través del origen. ¿Qué debe de pasar? Discutirlo brevemente. ¿Cuales son algunos de las posibles fuentes de error en este experimento?
4. ¿Cuál es la Ley de Lambert - Beer? ¿Esta ley se cumple en este caso? Explicarlo brevemente.
5. Calcular el coeficiente de absortividad molar ε^{λ} del ion Ni (II) en disolución acuosa de $NaNO_3$ 0.4 M (citar la longitud de onda λ(nm) a la que hizo la medición). Usar el punto de máxima absorción tomada del gráfico de la parte 1. ¿El valor obtenido está en el intervalo esperado para este tipo de compuestos?
6. En el coeficiente de absortividad molar, ¿cuál es su función o qué significa?

- **En la parte 3:**

7. Se pide medir la absorción de varias disoluciones de Níquel (II) con concentraciones diferentes. ¿Cuál es la longitud de onda más apropiada para usar? ¿Por qué?
8. ¿Cuántas y qué especies están presentes en cada una de las disoluciones? ¿Cuál es la concentración de cada una de las especies de níquel (II) presentes en cada disolución?

- **En la parte 4:**

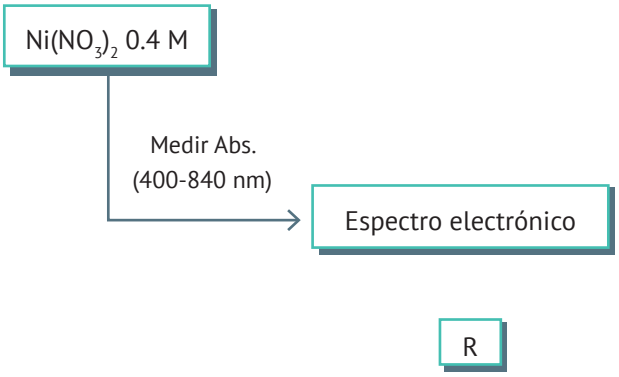
9. ¿Cuales son las concentraciones de cada una de las dos especies en la solución problema?

BIBLIOGRAFÍA

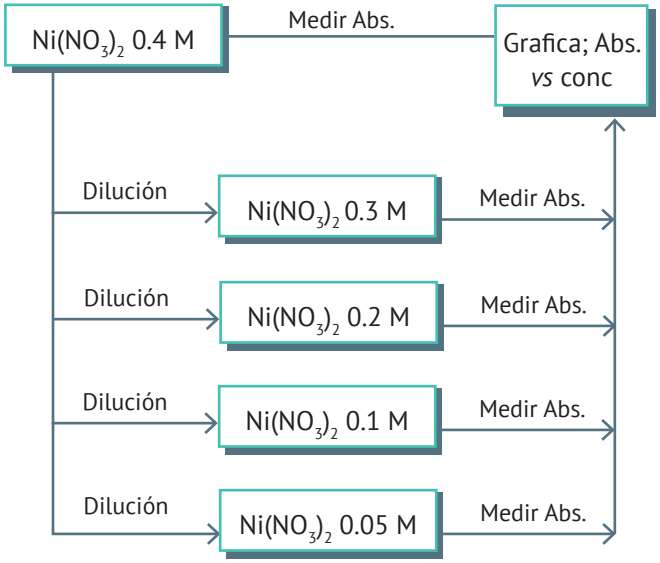
[1] Huheey, J. E., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica: Principios de estructura y reactividad*. Harla.
[2] Shriver, D. F. Atkins, P.W. & Langford, C. H. (1998). *Química inorgánica*. Barcelona: Reverté.
[3] House, J. E. (2008). *Inorganic chemistry*. USA: Academic Press.
[4] Tanaka, J. & Suib, S. L. (1998). *Experimental methods in inorganic chemistry*. USA: Prentice Hall.
[5] Robbins, J. (1972). *Ions in solution*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.
[6] Skoog, D. A. & West, D. M. (1975). *Análisis instrumental*. Interamericana.
[7] Vogel, A. I. (1983). *Análisis químico cuantitativo*. Kapelusz.
[8] Bailar Jr., J. C. (1956). *The chemistry of coordination compounds*. New York: Reinhold.
[9] Cotton, F.A. & Wilkinson, G. (2001). *Química inorgánica avanzada*. México: Limusa.

MAPAS ECOLÓGICOS

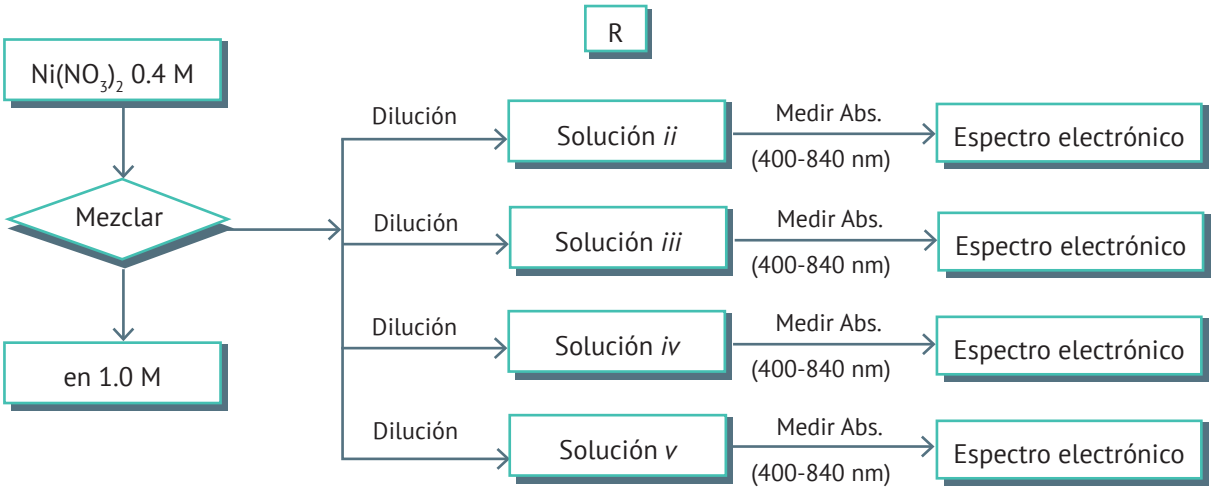
Espectro de absorción de Ni(II)



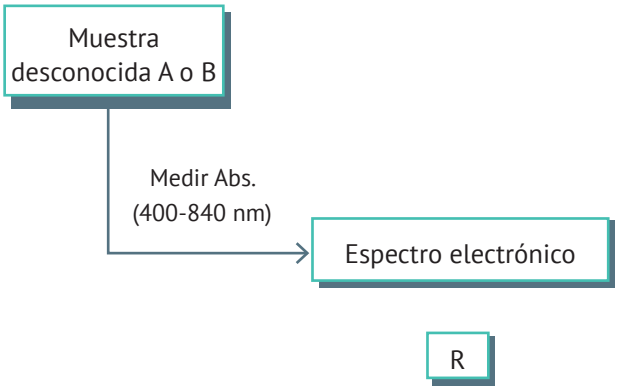
Relación entre la concentración y absorbancia



Espectros de absorción de los complejos de níquel (II)



Determinación de la composición de una solución Ni^{2+} acuoso / en



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

8

ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO Y CONDUCTIMÉTRICO DE COMPLEJOS

(1 sesión)

OBJETIVOS

Familiarizar al alumno con la determinación de la conductancia eléctrica en medio acuoso y no acuoso, y la manera en que puede ser usada para obtener información sobre la carga y la estructura de los complejos. Así mismo, determinar por método gravimétrico el contenido de cloruros iónicos presentes en un compuesto complejo.

INTRODUCCION

Los compuestos de coordinación en general están constituidos por cationes y aniones; en algunos casos el complejo es el catión y en otros es el anión. Una forma de determinar el contenido de una u otra especie es formar con alguno de ellos un nuevo compuesto que en el disolvente utilizado se separe en forma de un precipitado (compuesto insoluble). Una vez separado éste, se pueda pesar y determinar el contenido de la especie estudiada en la disolución (método gravimétrico).

Otro método importante, utilizado para la caracterización de sustancias iónicas, es la determinación de la capacidad de las sustancias para conducir la corriente eléctrica: aquellas sustancias cuyas disoluciones tienen la más alta conductividad eléctrica y contienen un gran número de iones. Así, un compuesto cuya fórmula indica que está compuesto por dos especies iónicas (p.e. A-B), tendrá una menor conductividad que una disolución que consista de tres o más especies (p.e. A-B2) a la misma concentración, por lo que la medición de la conductividad de una disolución permite determinar la unidad fórmula de un compuesto que consista de dos, tres, cuatro o más iones.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Qué se conoce como reacciones de valoración argentométricas? Indicar aplicaciones y limitantes.
- Escribir la reacción de precipitación del ión Cl^- con el ión Ag^+. ¿Cuál es la constante de equilibrio de esta reacción?
- ¿Qué condición debe tener el cloruro para precipitar con el ión plata?
- Describir brevemente qué se entiende por conductancia eléctrica molar. Indicar las leyes que la definen y las unidades en que se expresa.
- ¿Qué se entiende por conductancia molar específica, equivalente y limite?
- ¿Qué factores afectan la conductividad eléctrica?
- ¿En qué forma las medidas de conductancia eléctrica se relacionan con la estructura?
- De los datos mantenidos debajo de la gráfica Λm, contra $\sqrt{C}$ presentar los tres complejos (1:1, 2:1 y 3:1) en la misma hoja de papel cuadriculado (Λm en el eje vertical). Extrapole cada curva para obtener $\Lambda m°$ para cada uno de los tres siguientes complejos:

Concentración (mol dm^{-3})	Conductancia molar (Λm) a 25°C en S cm^2 mol^{-1}		
	$[Co(NH_3)_6]Cl_3$	$[Co(NH_3)_5(NO_2)](NO_3)_2$	$[Co(NH_3)_4(CO_3)]NO_3$
0.000625	453	249	107.2
0.00250	418	236	104.6
0.00562	386	224	102.2
0.0100	358	213	99.7
0.0156	337	204	97.5

- Dado que a 25°C, $\lambda°(NO_3^-)$ = 71.5 y $\lambda°$ (Cl-) = 76.3 S cm^2 mol^{-1}, calcule la conductancia molar iónica límite para los tres cationes complejos anteriores.
- El complejo de fórmula $CrCl_3 \bullet 6H_2O$ tiene un conductancia molar $\Lambda m°$ de aproximadamente 270 S cm^2 mol^{-1}. Sugerir una estructura probable.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

			Obtenido de práctica
2	Vasos de precipitado de 10 ml	trans -$[Co(en)_2Cl_2]Cl$	1
6	Matraces volumétricos de 25 o 10 ml	$[Co(en)_3]Cl_3$	1
2	Papel filtro	$[Fe(acac)_3]$	2
1	Embudo Buchner	$K2[Cu(ox)_2].2H_2O$	3
	Manguera para vacío	trans-$K2[Cr(ox)_2(H_2O)_2] \bullet 3\ H_2O$	4
	Pinzas	$[Co(NH_3)_5(NO_2)]Cl$	5
		$AgNO_3$ 0.01 M	---
	Agua destilada	NaCl 5 x 10^{-4} M	---
		$BaCl_2$ 5 x 10^{-4} M	---
	Conductímetro		

Indicaciones adicionales y cuidados en la medida de conductancia

- Entre las mediciones de cada serie de disoluciones del mismo compuesto, la celda y el vaso portacelda deben enjuagarse completamente con agua destilada. La conductancia leída para la celda con agua destilada es un criterio de limpieza de la celda. Una lectura para Λ < 30 mS cm -1 para el agua destilada es un valor aceptable para una celda limpia.

- Mientras se llena el vaso portacelda, pon la celda en otro vaso de vidrio, o un vaso con agua destilada. No lo pongas en el banco donde podría contaminarse fácilmente.

- La reproducibilidad de las mediciones de resistencia depende del ambiente físico del vaso portacelda y la celda. Por consiguiente, es aconsejable sumergir la celda en el líquido de baño de termostato a la misma profundidad y usar la misma cantidad de disolución del electrolito en cada medida. El espacio entre los electrodos debe cubrirse completamente con la disolución y estar libre de burbujas de aire.

- Debe tenerse cuidado de que cada disolución alcance el equilibrio térmico en el vaso portacelda del termostato antes de que su resistencia se registre. El tiempo para que alcance el equilibrio térmico puede reducirse colocando cada una de las disoluciones, en sus frascos volumétricos, en el baño. El equilibrio térmico toma aproximadamente 10 minutos.

- Cuando la celda no esté en uso, debe estar lavada con agua destilada.

PROCEDIMIENTO

Parte 1: Análisis conductimétrico de complejos

1. Preparar disoluciones acuosas de ≈ 5 x 10^{-4} M de cada una de las sustancias obtenidas en las prácticas anteriores (incluyendo NaCl y $BaCl_2$) y determinar su conductividad a condiciones normales (T y P ambiente) mediante un conductímetro. Anotar en la bitácora todos estos datos
2. Para la determinación de la conductancia molar de los complejos en disolución de etanol, repetir el paso anterior, pero usar etanol seco como disolvente en lugar del agua.

Parte 2: Determinación de cloruros (método gravimétrico)

1. Pesar 27 mg de cada uno de los complejos de cobalto (III) y disolver en una mínima cantidad de agua.
2. Agregar 3 ml de una disolución 0.1 M de $AgNO_3$. El precipitado formado se filtra en un papel, previamente pesado, procurando que no le dé la luz, ya que el compuesto obtenido es fotosensible.
3. El papel filtro, junto con el precipitado, se pone a secar dentro de un vaso de precipitado en la estufa a 100ºC durante una hora. Posteriormente, ya seco el papel, se pesa con el precipitado seco y se determina la cantidad de sólido formado en cada caso.

REPORTE

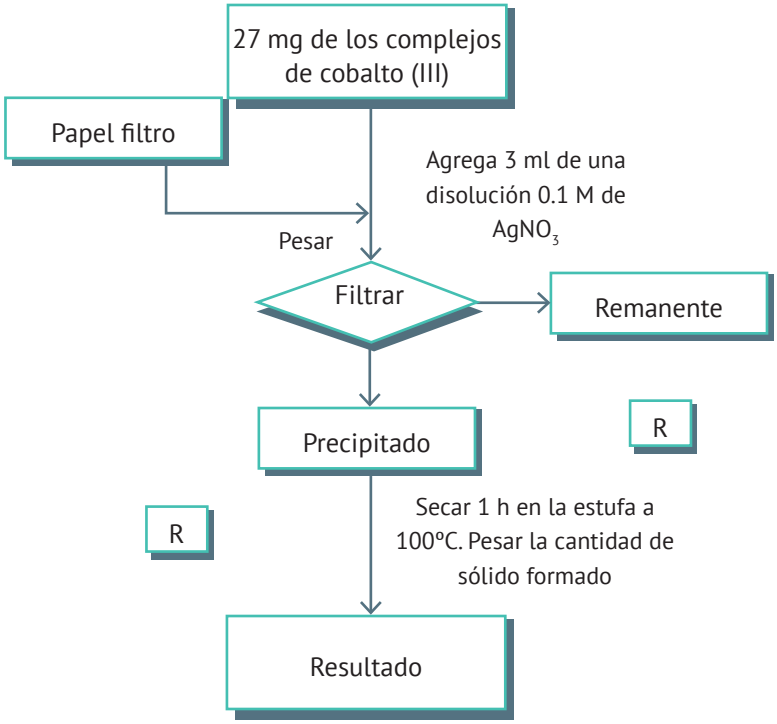
1. Para los compuestos de cobalto (III) en estudio, informar la cantidad de precipitado obtenido en cada caso. ¿Cuántos cloros están en forma iónica y cuantos están coordinados?
2. Comparar con los compañeros de grupo los valores de la conductancia por cada disolución y deducir, en cada caso, el número de iones que forma la sustancia en cuestión.
3. Relacionar los valores obtenidos en ambas pruebas con la estructura probable de los compuestos.
4. ¿Difieren los resultados cuando se usó etanol como disolvente? En ese caso, sugerir una posible razón de lo que ocurre.
5. Comparar los resultados y conclusiones obtenidas en esta práctica, con los obtenidos en la práctica anterior e indicar cuál es la unidad fórmula de cada compuesto sintetizado.

BIBLIOGRAFÍA

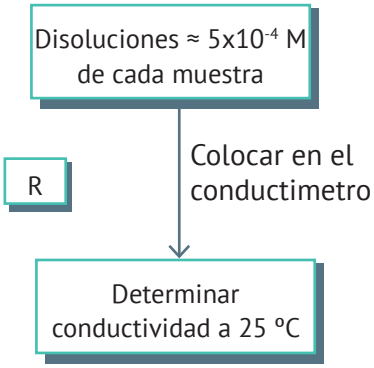
[1] Skoog, D. A. & West, D. M. (1975). *Análisis instrumental*. Interamericana.
[2] Bailar, J. C. (1956). *The chemistry of coordination compounds*. New York: Reinhold.
[3] Robbins, J. (1972). *Ions in solution*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.
[4] Vogel, A. I. (1983). *Análisis químico cuantitativo*. Argentina: Kapelusz.
[5] Jolly, W. (1970). *The synthesis and characterization of inorganic compounds*. Prentice-Hall.

MAPAS ECOLÓGICOS

Determinación de cloruros (método gravimétrico)



Análisis conductimétrico de complejos



Nota: Los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

9

SIMETRÍA MOLECULAR

(1 sesión)

OBJETIVO

Introducir al alumno a diversos aspectos de simetría molecular y su aplicación en química.

INTRODUCCIÓN

La simetría forma un aspecto común, y no menos importante en la vida diaria. Con frecuencia encontramos objetos que son simétricos o tienen cierta simetría en su forma tales como las mariposas, una pintura o la estructura de un cristal de hielo proporcionando formas agradables, periodicidad o disposiciones armónicas, y con ello, un sentido de belleza.

Al desarrollar la carrera de química, y al analizar las propiedades de los compuestos químicos, se aprecia que muchas de éstas están determinadas, o al menos afectadas, por las propiedades de simetría de las moléculas. De ahí que la simetría deba estudiarse de una forma más precisa, ya que existen muchas aplicaciones de sus conceptos. Por ejemplo, por la simetría se tiene información sobre las bandas de absorción que pueden presentarse en un espectro electrónico o vibracional de una molécula; o la cristalografía por difracción de rayos X, en la cual la simetría es una herramienta imprescindible para el estudio de los compuestos cristalinos. En química teórica, donde se predicen propiedades y estructuras de moléculas a través de cálculos, las propiedades de simetría son fundamentales para reducir enormemente no sólo el cálculo a realizar sino también para ahorrar tiempo de cálculo, dinero invertido en equipo de computo (hardware) a emplear y esfuerzo en el análisis de los resultados obtenidos.

Así el objetivo de este experimento es familiarizar a los estudiantes con algunos de los conceptos básicos de simetría y relacionarlos a su aplicación al estudio de moléculas.

INVESTIGACIÓN PREVIA

1. ¿Qué es simetría puntual y qué es simetría espacial? Sustentar ampliamente la respuesta.
2. ¿Qué es un grupo matemático? Ofrecer ejemplos.
3. ¿Cuáles son los requisitos o condiciones para que una serie de elementos matemáticos constituya un grupo matemático?
4. ¿Qué es una tabla de multiplicación para un grupo? Ejemplificar un grupo con tres elementos
5. ¿Qué son y cuáles son los elementos de simetría en simetría molecular?
6. ¿Qué son y cuáles son las operaciones de simetría en simetría molecular?
7. ¿Qué es una tabla de caracteres?
8. ¿Qué es un grupo puntual?
9. ¿Cuál es la notación de Mulliken para las especies de simetría?

PARTE EXPERIMENTAL

Parte 1: identificación de los elementos de simetría de las moléculas

Para cada ejercicio traza la geometría de cada una de las moléculas e identifica los elementos de simetría de las mismas. Posteriormente, enlista en una tabla el número y tipo de elementos de simetría presentes en las moléculas.

Parte 2: elaboración de la tabla de caracteres y determinación del grupo puntual de las moléculas

Mediante modelos tridimensionales examina y visualiza los elementos de simetría y determina el grupo puntual al que pertenece la molécula. En el caso donde varios elementos de simetría estén presentes, sólo necesitamos mostrar uno y el número y posición de los otros descritos con palabras.

Es importante poder representar todas las simetrías apropiadamente, para ello se mostrará en el laboratorio un diagrama con el cual se podrá identificar más fácilmente los grupos puntuales de las moléculas de acuerdo a los elementos de simetría que posea.

Ejercicio uno: geometría tetraédrica. Examinar la simetría de:

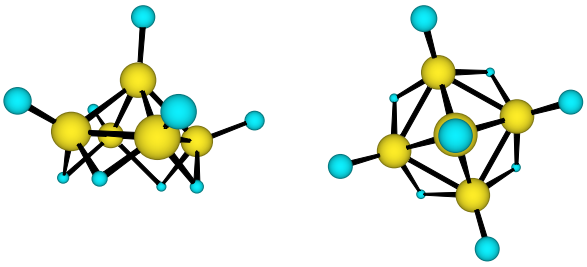
i) $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$ ii) $[Zn(en)_2]^{2+}$ iii) $[FeCl_3(H_2O)]^{2+}$

Ejercicio dos: geometría octaédrica. Examinar la simetría de los compuestos, incluyendo todos sus isómeros:

i) $[Co(NH_3)_6]^{3+}$ ii) $[Co(NH_3)_5Cl]^{2+}$ iii) $[Co(NH_3)_4Cl_2]^{+}$ iv) $[Co(NH_3)_3Cl_3]$

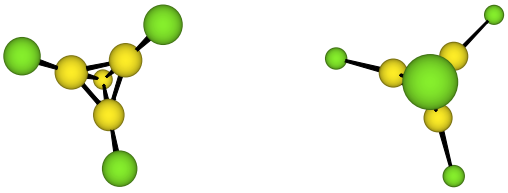
Ejercicios complementarios: (considerar las siguientes moléculas y examinar su simetría)

i) B_5H_9 (nido)



Vista lateral y superior de B_5H_9 en forma de nido

ii) Cúmulo de hierro(0), $[Fe_3(CO)_4]$



Vista inferior y superior de un cúmulo trinuclear de hierro (0), $[Fe_3(CO)_4]$

REPORTE

- Representación de las moléculas.
- Elementos de simetría de las moléculas.
- Diagramas con los elementos de simetría.
- El grupo puntual al que pertenece cada una de las moléculas.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Huheey, J. E., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Inorganic chemistry: Principles of structure and reactivity*. New York: HarperCollins.
[2] Cotton, F. A. (1991). *La teoría de grupos aplicada a la química*. México: Limusa.
[3] Atkins, P., Overton, T., Rourke, J., Weller, M. & Armstrong, F. (2008). *Schriver & Atkins: Química inorgánica*. Mc Graw-Hill.
[4] House, J. E. (2008). *Inorganic chemistry*. USA: Academic Press.
[5] Rayner-Canham, G. (2003). *Descriptive inorganic chemistry*. New York: W. H. Freeman.
[6] Cotton, F. A. & Wilkinson, G. (1999). *Química inorgánica avanzada*. México: Limusa.

MAPA ECOLÓGICO

Simetría molecular

NO APLICA

Práctica

10

MEDICIÓN EXPERIMENTAL DEL 10 Dq

(1 sesión)

OBJETIVOS

Mediante espectroscopia Uv-Vis., calcular el valor de 10 Dq y comprobar experimentalmente la serie espectroquímica.

INTRODUCCIÓN

Los compuestos de coordinación o complejos metálicos son importantes en todas las áreas de la química y la tecnología química. La química de los elementos metálicos, que constituyen cerca del 80 % de los elementos presentes en la tabla periódica, es, en casi todos sus casos, química de coordinación. Estos complejos se forman entre especies donadoras de pares electrónicos (bases de Lewis) y especies que aceptan electrones (ácidos de Lewis), en los cuales el centro metálico actúa como ácido de Lewis. No obstante, a pesar que en todos los compuestos de coordinación la interacción es de tipo ácido-base de Lewis, la magnitud en la que interactúan es diferente en cada compuesto. Esta gran variedad de formas de interactuar a su vez se manifiestan en propiedades diferentes al complejo formado. Asimismo, esta gran variedad de compuestos se utiliza para crear, alterar o modificar alguna propiedad a algún producto comercial.

Una forma de caracterizar estos compuestos es mediante la medición del desdoblamiento de los niveles energéticos ocasionados por los ligantes; así, un ligante en particular, debido a la forma en cómo interactúa con el metal, le induce a este último en un ambiente octaédrico una brecha de energía entre los orbitales t2g y los orbitales e_g.

Esta ruptura en la degeneración orbital provoca que cada complejo tenga propiedades ópticas y magnéticas diferentes dependiendo de cual sea el ligante, el número de ligantes enlazados al átomo central, la geometría del complejo formado y el estado de oxidación del centro metálico.

Todos estos factores hacen que existan una gran cantidad de complejos metálicos con propiedades que se utilizan tanto a nivel industrial (en análisis químico, síntesis orgánica, cinética y catálisis, entre otros), como a nivel biológico (en el estudio de enzimas, fármacos, transporte de oxígeno, etc.).

Por todo esto es necesario estudiar y entender los diversos mecanismos de acción y estabilidad de los sistemas complejos con metales de transición.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Qué es el espectro de la radiación electromagnética? ¿Cómo esta subdividido?
- ¿Dentro de qué intervalo del espectro electromagnético es capaz del ojo humano de observar la absorción y emisión de energía?
- ¿Qué es y cómo están acomodados los colores en el arco iris?
- ¿Qué es la serie espectroquímica?
- ¿A qué se llama 10 Dq? ¿Qué factores afectan su valor?
- ¿Qué es y en qué consiste un término espectroscópico?
- Para un ion metálico en el mismo estado de oxidación, ¿qué factores modifican la magnitud del 10 Dq?
- ¿Qué es y cómo están clasificados los ligantes en la serie espectroquímica?
- Para los iones Cr^{3+}, Co^{2+}, Ni^{2+} y Cu^{2+} en ambiente octaédrico, ¿qué estados espectroscópicos presentan cada uno de ellos? ¿Cuál es el estado basal en cada caso?
- ¿Qué son y qué información se obtiene de los diagramas de Tanabe - Sugano?
- ¿Cuántas bandas de absorción pueden presentar los iones en estudio?
- Para cada ion metálico, ¿cuál banda de absorción en el visible permite medir el valor del 10 Dq?
- Investiga las propiedades físicas, químicas y toxicológicas así como el manejo de los reactivos usados.

Nota: traer 12 hojas de papel milimétrico por equipo

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

1	Gradilla
11	Tubos de ensaye (5 o 10 ml)
1	Pipeta volumétrica de 2 ml
1	Pizeta con agua destilada
2	Celdas para Espectrofotómetro
11	Pipetas volumétricas de 2 ml (por grupo)
	Espectrofotómetro (por grupo)

disolución 1	Sulfato de cobre (II) 0.1 M Nitrato de cobalto (II) 0.1 M Cloruro de cromo (III) 0.1 M Nitrato de Níquel (II) 0.1 M
disolución 2:	Glicinato de sodio 1.0 M
disolución 3:	Oxalato de potasio (sol. saturada)
disolución 4:	Hidróxido de amonio 1.0 M
disolución 5:	Piridina 1.0 M
disolución 6:	EDTA sódico 0.1 M
disolución 7:	Etilendiamina (en) al 25 %
disolución 8:	Acetilacetona
disolución 9:	NaOH 3 M
disolución 10:	Trifenilfosfina (sol. saturada)
disolución 11:	Dimetilglioxima al 2 %

PROCEDIMIENTO

A diferentes equipos se le asignarán diferentes iones metálicos y prepararán por separado complejos de estos iones con diez ligantes diferentes. A algunos se les asignará el ión Cr^{3+}, a otros Co^{2+} o el ion Ni^{2+} y finalmente a otro equipo el ion Cu^{2+}.

Nota: los complejos de Co^{2+} deben ser medidos tan pronto como sea posible, dado que estos complejos son susceptibles de sufrir una oxidación por el oxígeno del aire. Para un adecuado manejo del espectrofotómetro, procurar seguir las instrucciones detalladas en el manual del equipo o preguntar al profesor o persona responsable del laboratorio.

1. Colocar, ordenar y etiquetar claramente, una serie de siete tubos de ensayo en una gradilla y verter 2 ml de la disolución 0.1 M del ión metálico que se asigne.
2. El tubo de ensaye 1 se guarda como testigo. A los siguientes tubos se les añadirán 2 ml de las siguientes disoluciones:

- Tubo 2: Glicinato de sodio 1.0 M
- Tubo 3: Oxalato de potasio (disolución saturada)
- Tubo 4: Hidróxido de amonio 1.0 M
- Tubo 5: Piridina 1.0 M
- Tubo 6: EDTA disódico 0.1 M
- Tubo 7: Etilendiamina al 25 %
- Tubo 8: Acetilacetona
- Tubo 9: NaOH 3 M
- Tubo 10: Trifenil fosfina (disolución saturada)
- Tubo 11: Dimetilglioxima al 25 %

3. Agitar cada tubo para mezclar su contenido.
4. Colocar los tubos en el orden que se presenta en el arco iris.
5. Medir el espectro electrónico (absorbancia) de cada disolución entre 400 nm y 800 nm recordando reajustar a cero con el blanco (sal sódica) correspondiente. Si se obtienen valores de absorbancia >0.6, consulta al profesor asignado al grupo.

REPORTE

1. Informar las observaciones hechas en las varias partes del experimento, junto con cualquier interpretación.
2. Gráficas de absorción en función de la longitud de onda correspondiente.
3. Magnitud (en Kcal/mol) del campo cristalino (10 Dq) para cada compuesto usado.
4. En el paso 4, y comparando los resultados obtenidos por otros compañeros, se sigue la misma tendencia observada con los otros iones.
5. Basándose en sus resultados, ordenar los ligantes empleados en una serie espectroquímica, y justificar la respuesta.
6. Con los valores experimentales de los compuestos investigados, decir si se cumple o no la serie espectroquímica reportada en la literatura.
7. Generalmente, en el caso de los complejos de Cu2+ se observa sólo una transición d-d asimétrica. ¿A qué se debe esta asimetría en la banda de absorción? Sugerir una explicación.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Day, M. C. & Selbin, J. (1969). *Theoretical inorganic chemistry.* New York: Reinhold.

[2] Kettle, S. F. A. (2000). *Physical inorganic chemistry: A coordination chemistry approach.* Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[3] Miessler, G. L. & Tarr, D. A. (2003). *Inorganic chemistry.* Prentice Hall.

[4] House, J. E. (2008). *Inorganic chemistry.* USA: Academic Press.

[5] Lever, A. B. P. (1968). Electronic spectra of some transition metal complexes: Derivation oof Dq and B. *Journal of Chemical Education,* 45, 711.

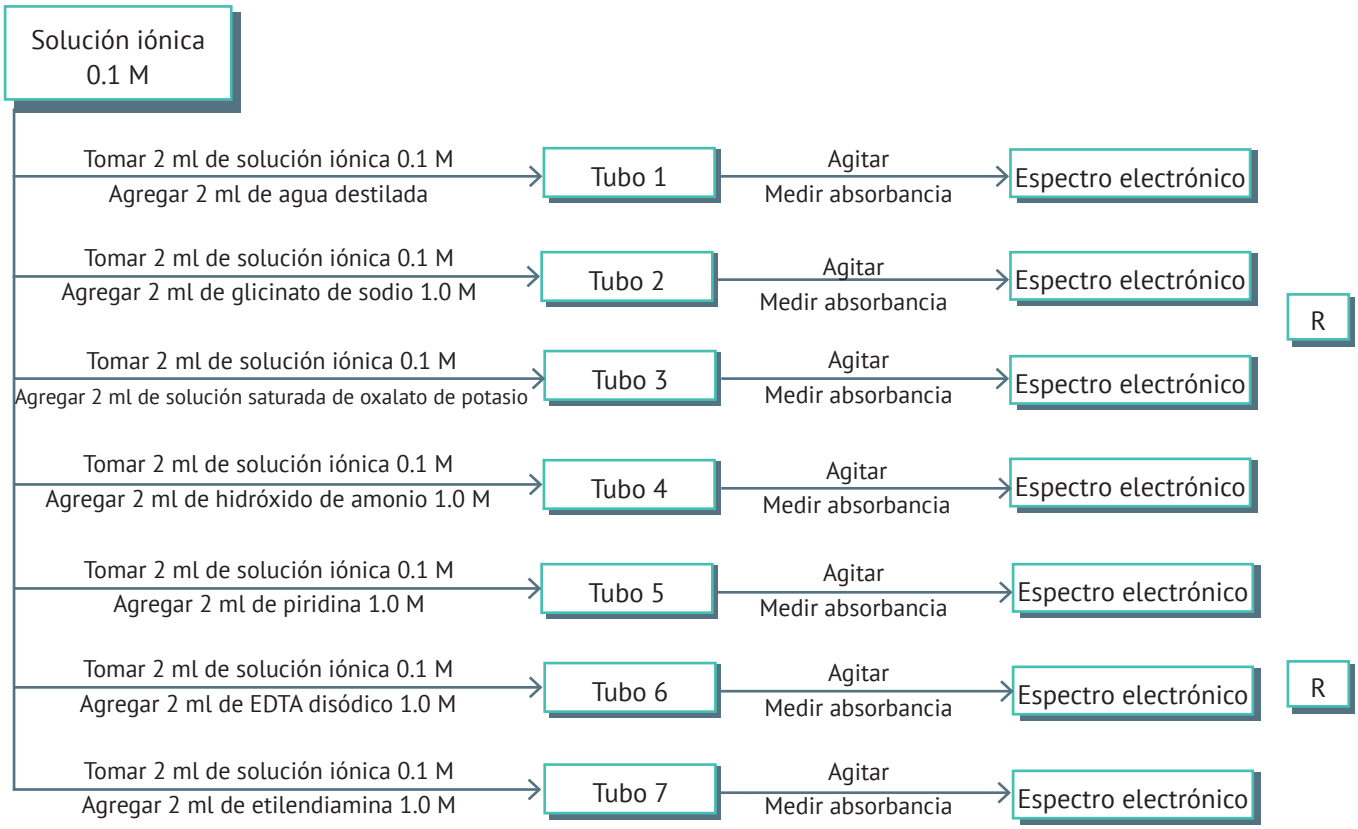
[6] Huheey, J. E., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica: Principios de estructura y reactividad.* Harla.

[7] Shriver, D. F., Atkins, P.W. & Langford, C.H. (1998). *Química inorgánica.* Barcelona: Reverté.

[8] Cotton, F. A. & Wilkinson, G. (2001). *Química inorgánica avanzada.* México: Limusa.

MAPA ECOLÓGICO

Medición experimental del 10 Dq



Nota: los residuos (el contenido de todos los tubos y de las celdas de absorción) se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

11

CARACTERIZACIÓN DE UN COMPUESTO DE COORDINACIÓN: ESPECTROSCOPIA IR

(1 sesión)

OBJETIVOS

Caracterizar los compuestos sintetizados utilizando una técnica espectroscópica sencilla y de uso frecuente: la espectroscopia infrarroja.

INTRODUCCIÓN

Todo profesional del área química y bioquímica utiliza diversas técnicas espectroscópicas o instrumentales con el fin de corroborar que la sustancia que tiene presente es la que espera tener. Por lo anterior, en muchas ocasiones es necesario emplear una técnica instrumental que dé idea de lo que se tiene o de lo que esté pasando en la molécula e incluso para verificar la pureza de una sustancia, dado que cada sustancia tiene sus propias huellas digitales que permiten caracterizarla o identificarla con cierta facilidad.

Cuando se trabaja tanto en la síntesis como en la caracterización de un compuesto, una forma rápida, confiable y de fácil acceso es mediante el uso de la espectroscopia Infrarroja (IR).

En la presente práctica se empleará esta técnica espectroscópica para la identificación y la caracterización de las diversas sustancias que se han obtenido a lo largo del curso experimental.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Cuáles son los grupos funcionales que se esperan encontrar en cada sustancia a analizar?
- ¿Se espera que el ligante mueva su frecuencia vibracional al estar coordinado o mostrará la misma frecuencia que cuando esta sin coordinar? Justifica ampliamente la respuesta.
- ¿Un ligante cualquiera al estar coordinado a un ión metálico +2 mostrará la misma frecuencia vibracional al estar coordinado al mismo ion metálico, pero ahora con carga +3? Justifica ampliamente la respuesta.
- Localizar en la bibliografía las bandas de absorción en el IR de cada grupo funcional de cada ligante no coordinado y cuándo forman compuestos de coordinación. Analizar y explicar estas diferencias en las frecuencias de absorción.
- En el caso de los compuestos tipo $[MX_4Y_2]^{n+}$, ¿será posible diferenciar el isómero cis- del isómero trans?
- Además de la espectroscopia IR, ¿qué otra espectroscopia se puede emplear para caracterizar utilizando las frecuencias vibraciones de la molécula? Incluir las bases o fundamentos de estos ejemplos.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

		Obtenido de práctica
KBr grado espectroscópico	$[Co(en)_2Cl_2]\ Cl$	1
	$[Co(en)_3]\ Cl_3$	1
Mortero de ágata	$[Fe(acac)_3]$	2
	$K_2[Cu(ox)_2] \bullet 2H_2O$	3
Espectrómetro IR	cis-$K_2[Cr(ox)_2(H_2O)_2] \bullet 3\ H_2O$	4
	trans-$K_2[Cr(ox)_2(H_2O)_2] \bullet 3\ H_2O$	4
	$[Co(NH_3)_5(NO_2)]Cl_2$	5
	$[Cu(CH_3CO_2)_2]$	---

Indicaciones adicionales

- En esta parte es indispensable preguntarle al profesor o al encargado del equipo la forma de medir o manejar el equipo a fin de obtener un buen espectro IR.
- Antes de realizar una medición, verificar que la muestra en la celda esté bastante compacta. Normalmente la fuente de error más importante es el empacado no homogéneo de la muestra en el tubo. Para minimizar este problema, la muestra puede ser finamente molida (usar un mortero y un pistilo) e introducida al tubo en pequeñas porciones (después de cada adición, empacar cuidadosamente). Para asegurar que la muestra esté bien empacada se sugiere que se tome la lectura cuando el display permanece constante; también rotar la muestra da indicio de la homogeneidad de la muestra.
- Al iniciar la preparación de la "pastilla" con KBr, asegurarse que se encuentre el frasco de KBr en un desecador o en un ambiente libre de humedad, porque el KBr es muy higroscópico; tal lo es, que cuando empieza a absorber humedad pierde cristalinidad y se hace "piedra".

PROCEDIMIENTO

Preparación de muestra y medición del espectro de IR

1. En un mortero de ágata poner aproximadamente 1 mg (la punta de una espátula de dentista) de la sustancia muestra y mezclar con 100 mg de KBr grado espectroscópico seco.
2. Triturar la mezcla en el mortero.
3. Verter en la pastilladora y colocar en un troquel especial donde se comprime a 5 000 o 6 000 libras por pulgada cuadrada; obtener un disco traslúcido lo más homogéneo posible.
4. Cuidadosamente, este disco se coloca en el espectrómetro de infrarrojo
5. Medir y registrar el espectro IR.

REPORTE

El reporte, en la parte de análisis y discusión, debe contener:

- Espectros IR de todos los compuestos en estudio.
- Asignación de las bandas obtenidas en los espectros IR
- Basándose en las técnicas de caracterización empleadas en prácticas anteriores, y en conjunto con la actual, proponer una estructura para cada uno de los productos analizados. Sustentar firmemente su respuesta.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Atkins, P., Overton, T., Rourke, J., Weller, M. & Armstrong, F. (2008). *Schriver & Atkins, Químicai norgánica*. McGraw-Hill.

[2] Girolami, G., Rauchfuss, T. & Angelici, R. (1999). *Synthesis and technique in inorganic chemistry: A laboratory manual*. USA: Univ. Science Books.

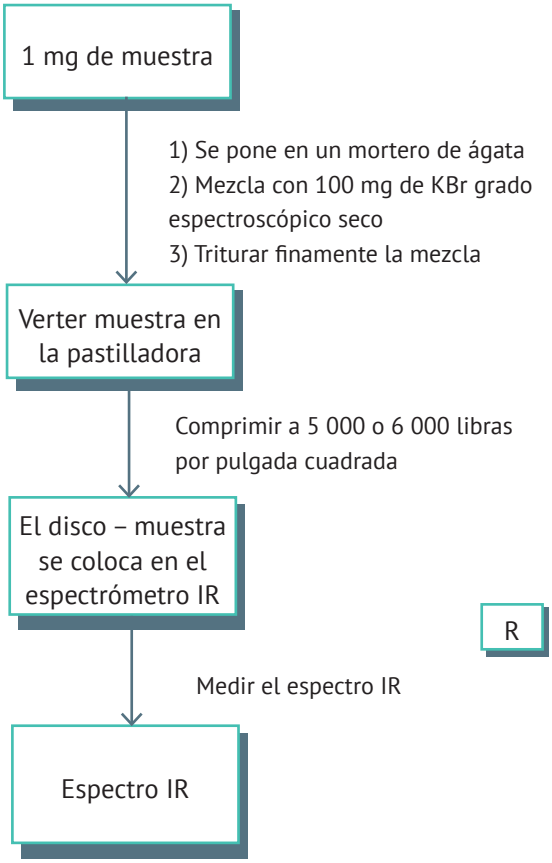
[3] Nakamoto K. (1997). *Infrared and raman spectra of inorganic and coordination compounds*. USA:J ohn Wiley & Sons.

[4] Pretsch E., Clerc T., Seibl J. & Simon W. (1988). *Tablas para la elucidación estructural de compuestos orgánicos por métodos espectroscópicos*. Barcelona: Alambra.

[5] Rubinson, K.A. & Rubinson, J. F. (2000). *Análisis instrumental*. Pearson Education.

MAPA ECOLÓGICO

Espectroscopia IR



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

12

EFECTOS QUELATO Y MACROCÍCLICO

(1 sesión)

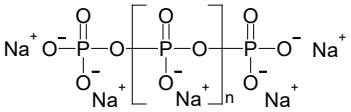
OBJETIVOS

Observar la estabilidad termodinámica de los complejos con ligantes macrocíclicos y compararla con sus correspondientes complejos con ligantes monodentados y polidentados lineales. Deducir los principales factores que influyen en la formación de complejos.

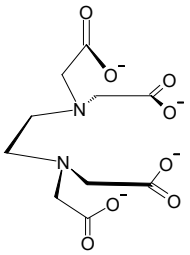
INTRODUCCIÓN

La formación de un sistema macrocíclico, y en general la quelatación, es la habilidad de un compuesto químico, ya sea para formar compuestos solubles de iones metálicos que en presencia de agentes químicos normalmente producirían un precipitado, o bien, el agente quelatante puede inhibir al ion de sus reacciones normales. Esto es muy importante, dado que en muchos procesos industriales, las trazas de cationes puedan actuar como catalizadores no deseados en reacciones de descomposición y disminuir la eficiencia de su proceso químico, por ejemplo en carnes, mayonesa, jabones y otros productos, ocasionando efectos adversos en la calidad del producto, tal como acelerar la oxidación de grasas y aceites, o bien, el bicarbonato de las aguas (CO_2 disuelto en agua) puede precipitar como carbonato cálcico en aparatos que utilicen agua caliente, por ejemplo, en las calderas se genera la formación de incrustaciones calizas que dan lugar a sedimentos o depósitos (sarro) adheridas a ellas, y que en muchos casos puede dar lugar a que la tubería se tape. Otro caso se da en el hogar, cuando las sales de calcio y magnesio, al reaccionar con el jabón, forman un precipitado blanco que queda en la ropa, y además puede estropear la lavadora.

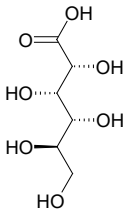
En el ámbito comercial se venden distintos tipos de quelatantes o agentes secuestrantes dependiendo su uso, y se clasifican en general como orgánicos o inorgánicos. Los polifosfatos condensados como el hexametafosfato de sodio [$Na_2(Na_4P_6O_{18})$], el pirofosfato de sodio, y el trimetafosfato de sodio son los agentes secuestrantes inorgánicos mas ampliamente usados en jabones y detergentes, ya que forman compuestos hidrosolubles con la mayoría de los iones metálicos; en tanto que de los agentes secuestrantes orgánicos, dos grupos son de importancia económica. Ellos son los ácidos aminopolicarboxílicos como el ácido etilendiaminotetraacético (H_4EDTA), y los ácidos hidroxicarboxílicos tales como el ácido glucónico, el ácido cítrico y el ácido tartárico. Así también se usa la lignina y sus derivados (ácido lignosulfónico), debido a que sus grupos hidroxifenólicos se emplean en disolución como agentes secuestrantes para calcio y magnesio en sistemas que contienen jabón. También se ha introducido una nueva clase de agentes secuestrantes solubles en aceite u oleosolubles. Sin embargo, la sal disódica del EDTA es, con mucho, el agente quelante más ampliamente usado, ya que forma compuestos muy estables al calentamiento y en medio alcalino, de ahí que se use para determinar y cuantificar prácticamente todos los elementos de la tabla periódica.



Polifosfatos



Ion etilendiamin-tetraacetato $(EDTA)^{-4}$



Ácido glucónico

Figura 7.1 esquema de algunos ligantes quelato de interés industrial

Muchos metales están implicados en procesos biológicos formando parte de un compuesto de coordinación. Como ejemplo tenemos la respiración, proceso mediante el cual un ser vivo toma oxígeno y elimina dióxido de carbono. En la mayoría de los animales se lleva a cabo mediante la hemoglobina, una proteína tetrámera de un peso molecular de 64,000, en la cual el grupo hemo se coordina al hierro (II) el cual a su vez "agarra", transporta y libera tanto a la molécula de O_2 como a la de CO_2 sin oxidarse durante todo este proceso.

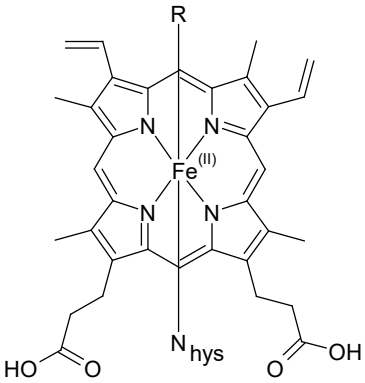


Figura 10.2 esquema del grupo hemo tipo b

Por todo lo anterior, investigaciones sobre la estabilidad y la fuerza de ligación de los agentes quelatantes y los complejos formados son tema de gran interés, ya que el efecto involucrado es un tema que pertenece al campo de la química de coordinación. Por ello, es necesario incluirlo en el laboratorio a fin de comprender su proceder químico. Así, el objetivo motor de esta práctica es hacer competir dos ligantes diferentes y observar la formación del producto termodinámicamente más estable, así como elucidar los principales factores que influyen en la direccionalidad de las reacciones en competencia.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- Definir qué es un ligante monodentado y un ligante polidentado.
- ¿Qué es un ligante macrocíclico?
- Investigar cuántos tipos de ligantes macrocíclicos existen actualmente.
- ¿Qué es el efecto quelato? ¿A qué se conoce como efecto macrocíclico?
- Investigar algunas aplicaciones industriales o farmacéuticas basadas en la estabilidad de los complejos macrocíclicos y quelato (al menos dos de cada uno) y sustentar ampliamente la respuesta.
- Definir la constante de estabilidad de un complejo. Explicar qué es constante parcial y qué es una constante global.
- Explicar brevemente la relación entre la constante de estabilidad de un complejo (β) con ΔH y ΔS.
- Leer cuidadosamente la parte experimental y dibujar las estructuras de Lewis de cada ligante a emplear. Indicar, en la medida de lo posible, el tamaño del anillo formado una vez coordinado al ión metálico.
- Al mezclar dos sustancias, ¿qué factores físicos permiten indicar que se desarrolló una reacción química y no se involucró el factor dilución?
- Investigar las propiedades físicas, químicas y toxicológicas, así como el manejo de los reactivos a usar.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL Y REACTIVOS

1	Gradilla
22	Tubos de ensaye de 5 ml
1	Pipeta graduada de 10 ml
1	Piseta con agua destilada
	Sulfato de cobre (II) 0.05 M
9	Frascos con tapón gotero conteniendo:
Frasco 1:	NH_4OH conc.
Frasco 2:	Etilendiamina al 5 %
Frasco 3:	Oxalato de potasio 1 M
Frasco 4:	Glicina 1 M
Frasco 5:	Acetil acetona
Frasco 6:	EDTA sódico 0.1 M
Frasco 7:	NaOH 3 M
Frasco 8:	Dimetilglioxima al 2 %
Frasco 9:	18 – corona – 6 al 5 %
Frasco 10:	*Ciclam* al 5 %

PROCEDIMIENTO

En la gradilla colocar 11 tubos de ensaye, etiquetar numérica y claramente cada uno de ellos.

Agregar a cada tubo 4 ml de la disolución 0.05 M de sulfato de cobre (II). Anotar en la bitácora de trabajo todos los cambios observados.

El tubo de ensaye 1 se guarda como testigo.

Parte 1: Comprobación del efecto quelato

Añadir a los tubos de ensaye:

- Tubo 2: 1 gota de hidróxido de amonio.
- Tubo 3: 3 gotas de hidróxido de amonio.
- Tubo 4: 2 gotas de hidróxido de sodio.
- Tubo 5: 2 gotas de etilendiamina.

Observar cuidadosamente y anotar los cambios percibidos.

Dividir en dos las disoluciones de los tubos 3 y 4. Identificar cada parte con letras "a" y "b" y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 4 ml. Añadir a los siguientes tubos de ensaye:

- Tubo 3a: 2 gotas de etilendiamina
- Tubo 4a: 2 gotas de etilendiamina

Parte 2: Orden de estabilidad dependiendo de los átomos donadores

Añadir a los tubos de ensaye:

- Tubo 6: 4 gotas de glicina y 2 gotas de NaOH.
- Tubo 7: 4 gotas de oxalato de potasio.

Dividir en dos las disoluciones de los tubos 6 y 7. Identificar cada parte con letras "a" y "b" y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 4 ml y añadir:

- Tubo 6a: 1 gota de etilendiamina.
- Tubo 6b: 2 gotas de oxalato de potasio.
- Tubo 7a: 2 gotas de glicina y 1 gota de NaOH.

Observar cuidadosamente y anotar los cambios percibidos.

Parte 3: Orden de estabilidad en función del tamaño del anillo formado

Añadir a los tubos de ensaye:

- Tubo 8: 4 gotas de dimetilglioxima.
- Tubo 9: 4 gotas de acetilacetona + 1 gota de NaOH.

Dividir en dos las disoluciones de los tubos de ensaye 8 y 9. Identificar cada parte con letras "a" y "b" y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 4 ml. Añadir a los siguientes tubos de ensaye:

- Tubo 7b: 2 gotas de dimetilglioxima.
- Tubo 8a: 2 gotas de oxalato de potasio.
- Tubo 8b: 2 gotas de acetilacetona.
- Tubo 9a: 2 gotas de oxalato de potasio.

Observar cuidadosamente y anotar los cambios percibidos.

Parte 4: Estabilidad en función del número de anillos formados

Añadir a los siguientes tubos de ensaye:

- Tubo 10: 2 gotas de EDTA sódico.
- Tubo 11: 2 gotas de 18 – corona – 6 al 5 %.
- Tubo 12: 2 gotas de *Ciclam*

Dividir en dos las disoluciones de los tubos de ensaye 5, 10, 11 y 12. Identificar cada parte con letras "a" y "b" y diluir con agua destilada a un volumen aproximado de 4 ml. A los siguientes tubos de ensaye añadir:

- Tubo 4b: 1 gota de EDTA sódico.
- Tubo 5a: 1 gota de EDTA sódico
- Tubo 10a: 1 gota de 18 – corona – 6 al 5 %
- Tubo 10b: 2 gotas de ciclam.
- Tubo 11a: 1 gota de EDTA sódico.
- Tubo 11b: 2 gotas de ciclam
- Tubo 12a: 1 gota de EDTA sódico
- Tubo 12b: 1 gota de 18 – corona – 6 al 5 %

Observar cuidadosamente y anotar los cambios percibidos en cada tubo de ensaye.

Anota tus observaciones en los siguientes cuadros

Frasco	Tubo de ensaye					
	1	2	3	4	5	6
Inic						
A						
B						

Frasco	Tubo de ensaye					
	7	8	9	10	11	12
Inic						
A						
B						

REPORTE

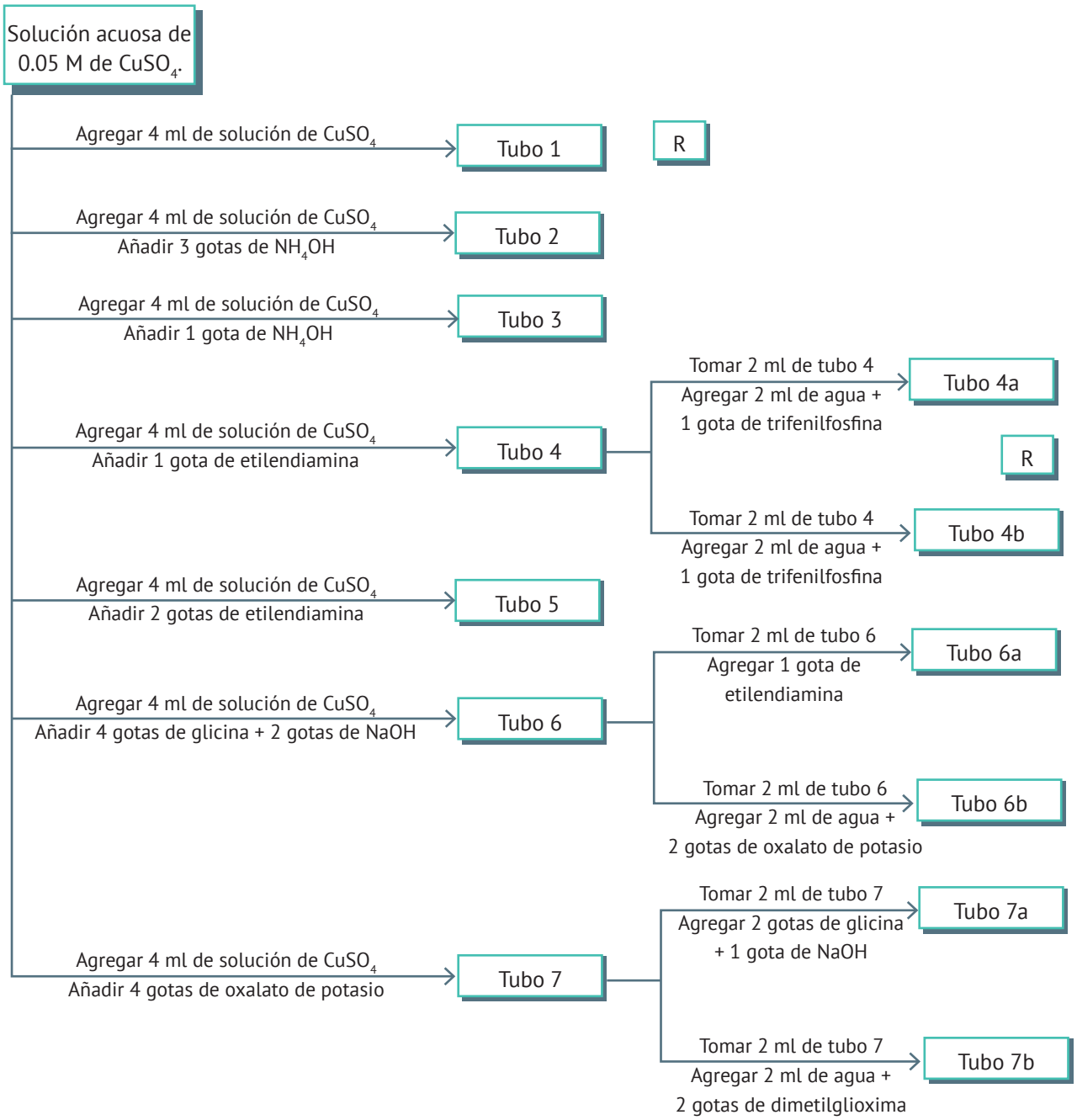
1. Describir los cambios físicos observados
2. Escribir las posibles reacciones que se llevaron a cabo en cada tubo.
3. Escribir la fórmula desarrollada de los complejos de cobre (II) que estuvieron presentes en los experimentos. Ordenarlos en función de su estabilidad.
4. ¿Porqué los complejos de Cu2+ presentan diferentes colores? ¿Qué conclusiones se pueden sacar de este hecho?
5. ¿Qué complejos son más estables? Explique las posibles causas de esta estabilidad. Considerar el tipo de átomo (nitrógeno u oxigeno) que se coordina, tipo de ligante (lineal, ramificado o cíclico) favorecido y tamaño y cantidad de anillos formados en el complejo.
6. Localizar en la literatura las constantes de estabilidad de los complejos estudiados y compararlos, en forma cualitativa, con los obtenidos experimentalmente.
7. Con base a las constantes de estabilidad reportadas, ¿qué se puede deducir con respecto a la entalpía y entropía de las reacciones?
8. El ión metálico en estudio (II) ¿con qué tiene una mayor interacción, con oxígeno o con nitrógeno?

BIBLIOGRAFÍA

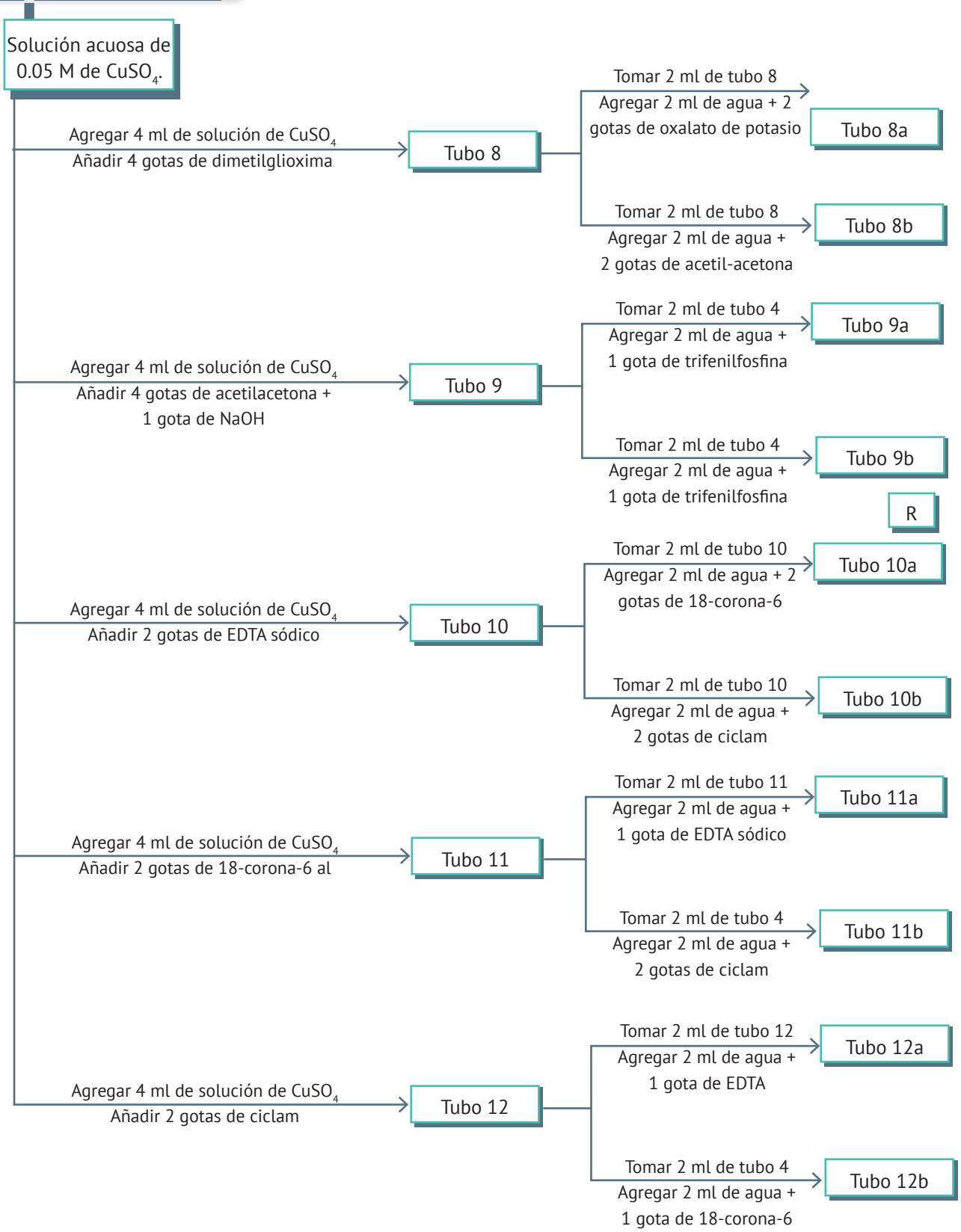
[1] Cotton, F. A. & Wilkinson, G. (1999). *Química inorgánica avanzada*. México: Limusa.
[2] Huheey, J., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química Inorgánica: Principios de estructura y reactividad*. Harla.
[3] Rayner - Canham, G. (2003). *Descriptive inorganic chemistry*. En W. H. Freeman (ed.).
[4] Ribas - Gispert, J. (2000). *Química de coordinación*. Omega.
[5] Lindoy, L. L. (1990). *The chemistry of macrocyclic ligand complexes*. Reino Unido: Cambridge Univ. Press.
[6] Martell, A. E. & Smith, R. M. (1992). *Critical Stability Constants: second supplement*. Berlín: Springer.
[7] Ringbom, A. (1979). *Formación de complejos en química analítica*. Barcelona: Alambra.
[8] Cabinness, D. K. & Margerum,D. W. (1969), *J. Am. Chem. Soc*., 91, 6540.
[9] Pedersen, C. J. (1967). *Cyclic polyethers and their complexes with metal salts*. Journal of the American Chemical Society, 89, 7017.
[10] Shriver, D. F., Atkins, P. W. & Langford, C. H. (1998). *Química inorgánica*. Barcelona: Reverté.
[11] Jolly, W. (1970). *The synthesis and characterization of inorganic compounds*. Prentice-Hall.
[12] Bowman, D. C. (2006). *A colour look at the chelate effect*. Journal of Chemical Education, 83, 1158.

MAPAS ECOLÓGICOS

Efectos quelato y macrocíclico



Nota: los residuos (el contenido de todos los tubos) se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.



Nota: los residuos (el contenido de todos los tubos) se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

13

MEDICIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA (MAGNETOQUÍMICA)

(1 sesión)

OBJETIVOS

Familiarizar al alumno con la determinación de la susceptibilidad magnética y la manera en que se puede utilizar para obtener información sobre el estado de oxidación y la geometría del centro metálico.

INTRODUCCIÓN

Según Faraday, toda la materia es magnética, es decir, presenta respuesta en la presencia de un campo magnético. La causa de ello son los electrones (componente fundamental de la materia), dado que toda carga en movimiento genera un campo magnético y al estar presente un campo magnético externo a la molécula responden de alguna manera a su presencia.

En la actualidad, y dado el gran interés en el estudio de diversos materiales cerámicos o en sistemas biológicos, la determinación de las propiedades magnéticas ha encontrado gran aceptación hacia la caracterización de estas especies químicas, dado que permite una descripción "intima" de su estructura. De esta manera, la denominada magnetoquímica* es una herramienta muy útil para obtener información sobre la geometría y estado de oxidación, en este caso, del centro metálico.

En la presente práctica se pretende caracterizar los compuestos anteriormente sintetizados utilizando medidas de lo que se conoce como susceptibilidad magnética, la cual es una técnica no destructible y de uso frecuente.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿Qué se conoce como susceptibilidad magnética de la materia?
- ¿Qué tipos de comportamiento magnético presenta la materia? Mencionar al menos 4.
- ¿Por qué es importante caracterizar una sustancia mediante su comportamiento magnético?
- ¿Cuáles son los valores de momento magnético que se espera obtener en cada compuesto a estudiar?
- Además de la medición de la susceptibilidad magnética empleando una balanza magnética, ¿de qué otra forma es posible medir el momento magnético de una sustancia? Fundamentar ampliamente la respuesta.

* De hecho, las aplicaciones de la ley de Curie, extendida por Weiss, y la contribución de Pascal al magnetismo son las responsables del desarrollo inicial de la magnetoquímica.

- ¿Qué se conoce como el método de Evans para la medición de la susceptibilidad magnética de una especie en disolución? Fundamenta ampliamente esta respuesta.
- ¿Qué otra técnica instrumental podría emplearse para caracterizar magnéticamente una sustancia?

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

			Obtenido de práctica
7	Celdas p/ balanza magnética	trans-$[Co(en)_2Cl]Cl_2$	1
1	Regla o vernier	$[Co(en)_3]Cl_3$	1
		$[Fe(acac)_3]$	2
		$K2[Cu(ox)_2] - 2H_2O$	3
1	Balanza analítica	cis - $K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$	4
1	Balanza magnética	trans- $K[Cr(ox)_2(H_2O)_2]$	4
		$[Co(NH_3)_5(NO_2)]Cl_2$	5
		$[Co(NH_3)_5(ONO)]Cl_2$	5
		$[Cu(CH_3CO_2)_2]$	---

Indicaciones adicionales

- La balanza magnética que se usará es un instrumento caro y debe tratarse con cuidado para que produzcan resultados confiables.
- Para mejores resultados, la balanza debe estar colocada en una superficie estable, no sujeta a vapores químicos ni cercana a fuentes de campo magnético variable, electromagnetos, ni materiales ferromagnéticos.
- Para remover impurezas paramagnéticas del tubo, se debe limpiar con una disolución limpiadora, sin usar una disolución de mezcla crómica porque adiciona impurezas paramagnéticas. Posteriormente, lavar el tubo con agua y acetona y finalmente dejarlo secar en la estufa; no se debe secar con una toalla, ya que esto genera una carga estática que afecta la medición.
- Todas las disoluciones deben prepararse aparte y el tubo portamuestra deberá llenarse a distancia segura del instrumento.
- Para obtener resultados satisfactorios, se debe asegurar que el tubo portamuestra esté escrupulosamente limpio antes de usarlo. Antes de la clase debe ser lavado con detergente y después enjuagarse con agua destilada, para que al hacer la práctica sólo se necesite enjuagarlo y secar cuidadosamente.
- Antes de realizar una medición, verificar que la muestra en la celda esté bastante compacta. Normalmente la fuente de error más importante es el empacado no homogéneo de la muestra en el tubo. Para minimizar este problema, la muestra puede ser finamente molida (usar un mortero y un pistilo) e introducida al tubo en pequeñas porciones. Después de cada adición, empacar cuidadosamente. Para asegurar que la muestra esté bien empacada se sugiere que se tome la lectura cuando el display [†] permanece constante. También rotar la muestra da indicio de la homogeneidad de la muestra.
- En la medida de susceptibilidad magnética, para la calibración del equipo se suele utilizar HgCo(NCS)4 (a 20°C la χ es 16.44 x 10^{-6} cm^3 g^{-1}, θ = -10 K) o [Ni(en)3]SO4 (χ a 20°C es 11.03 x 10^{-6} cm^3 g^{-1}, θ = 43 K) donde en es etilendiamina. Estos compuestos son estables y pueden ser preparados fácilmente y con alta pureza.
- Las instrucciones detalladas para la operación y correcto manejo de la balanza magnética están disponibles con el laboratorista o cerca del instrumento.

[†] Para determinar la reproducibilidad del valor obtenido, es necesario repetir la evaluación al menos una vez más mediante el vaciado, reempaquetamiento y nueva lectura del tubo.

PROCEDIMIENTO

Medida de la susceptibilidad magnética en la balanza Johnson-Matthey;

1. Pesar el tubo o celda portamuestra vacío. Anotar en la siguiente tabla, uno para cada compuesto medido, los resultados obtenidos.

Peso del tubo vacío	_____ g	Lectura del tubo vacío, R_0	_____
Peso del tubo con muestra	_____ g	Lectura del tubo c / muestra, R	_____
Constante de la balanza, C_{Bal}	_____	Longitud de la muestra, *l*	_____ cm
		Temperatura de medición	_____ °C

2. Colocar el tubo portamuestra vacío dentro del tubo guía y tomar la lectura, R_0.
3. Adicionar la muestra al tubo portamuestra, tratando de que ésta esté bien empacada, y anotar la masa de la muestra, m, en gramos y la longitud de la muestra, *l*, en cm. (mínimo a 1.5 cm del fondo)
4. Colocar el tubo muestra empacado en el tubo guía y tomar la lectura, *R*, una lectura negativa indica que el tubo más la muestra tienen un diamagnetismo neto.
5. Si el *display* sale fuera de la escala, girar la perilla a la escala x10, recalibrar a cero y multiplicar la lectura por 10. Para determinar la reproducibilidad del valor obtenido, repetir la medición de χ al menos una vez más.

Estas mediciones permitirán calcular la susceptibilidad por gramo (χ_g) mediante la siguiente ecuación:

$$\chi_g = \frac{C_{Bal} * l * (R - R_0)}{109 * m} \qquad (12.1)$$

Donde C_{Bal} = constante del equipo, *l* = la longitud de la muestra (cm), R = lectura del tubo más la muestra (g), R_0 = lectura del tubo vacío y m = masa de la muestra (g). A partir de susceptibilidad por gramo (χ_g) se deriva la susceptibilidad magnética molar (χ_M) definida como:

$$\chi_M = \chi_g / PM \qquad (12.2)$$

En la cual, PM es el peso molecular (g) de la especie en estudio y χ^M es expresado en $cm^3\ mol^{-1}$. Otra cantidad importante es el momento magnético efectivo (μ_{eff}) definido como:

$$\mu_{eff} = 2.8\ \sqrt{\chi_M \cdot T} \qquad (12.3)$$

Donde la temperatura (T) es expresada en grados Kelvin (K) y μ_{eff} tiene unidades de magnetones de Bohr (μ_B).

REPORTE

1. Expresar los valores de susceptibilidad magnética por gramo y por mol de las diversas sustancias estudiadas.
2. Expresar los valores de momento magnético efectivo molar de los compuestos en estudio. ¿Es el valor esperado para el compuesto en estudio?
3. Anotar el número de coordinación y estado de oxidación del átomo central en las diversas sustancias estudiadas. Sustentar respuesta.
4. Sugerir una estructura que pudiese representar a cada uno de los compuestos estudiados.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Girolami, G., Rauchfuss, T. & Angelici, R. (1999). *Synthesis and technique in Inorganic chemistry: A laboratory manual*. USA: Univ. Science Books.

[2] Porterfield, W. W. (1993). *Inorganic chemistry: A unified approach*. USA: Academic Press.

[3] Ribas - Gispert, J. (2000). *Química de coordinación*. Omega.

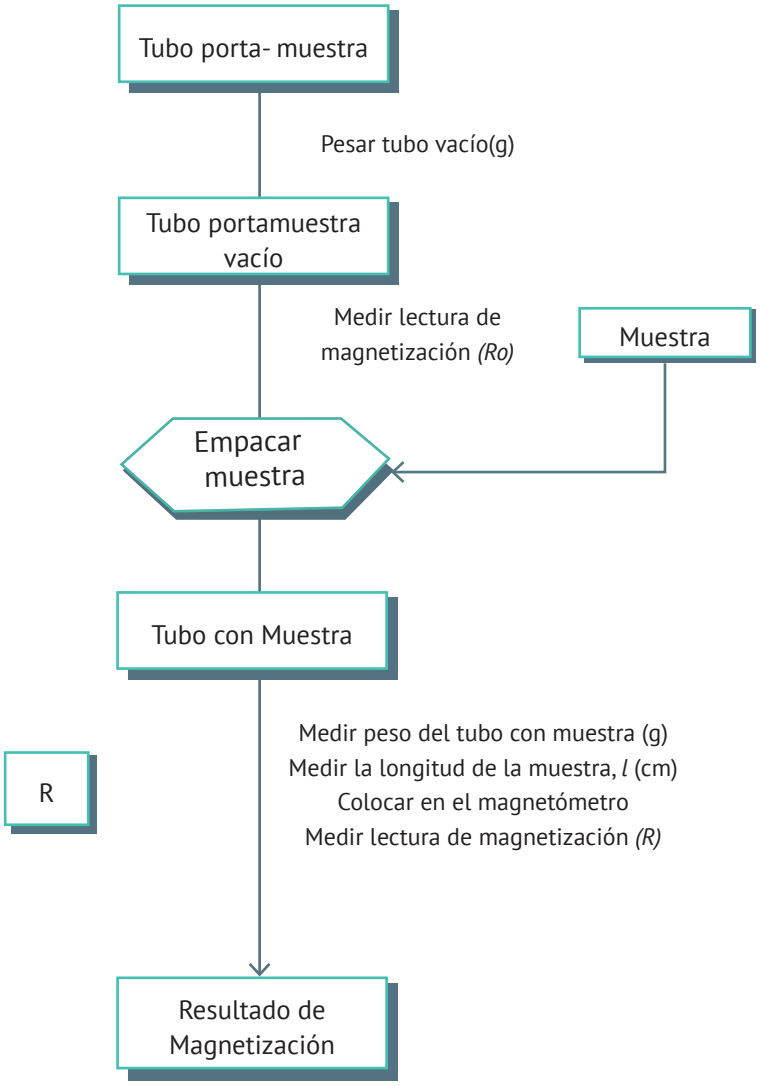
[4] Hatfield, W. (1994). *Encyclopedia of inorganic chemistry*. Vol. 4. En B. R. King (ed.). USA: John Wiley & Sons.

[5] Berg, K. C. & Chapman, K. J. (2001). Determination of the magnetic moments of transition metal complexes using rare earth magnets. *Journal of Chemical Education,* 78, 670.

[6] O´Connor, C. J. (1982). Magnetochemistry-Advances in theory and experimentation. *Progress in Inorganic Chememistry,* 29, 203.

MAPA ECOLÓGICO

Medición de la susceptibilidad magnética



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

14 CINÉTICA Y ESTABILIDAD DE COMPUESTOS DE COORDINACIÓN ACUACIÓN DE COMPLEJOS DE COBALTO (III)

(2 sesiones)

OBJETIVOS

Introducir al alumno en la cinética y mecanismos de reacción de los compuestos de coordinación. Determinar el orden de reacción y la constante de velocidad para la reacción de intercambio de ligante de un complejo de Co (III).

INTRODUCCIÓN

Hay dos preguntas de importancia general cuando se consideran todas las reacciones químicas. La primera concierne a la viabilidad de llevarse a cabo, esto es, la posición al equilibrio de una reacción por lo que la termodinámica química marca en esta cuestión. La segunda pregunta concierne a qué tan rápido una posición de equilibrio es establecida. Esta área es llamada cinética química. Así, las preguntas a responder son: ¿qué tan lejos y qué tan rápido se puede llegar en una reacción química?

Numerosas reglas y conceptos pueden ayudar a predecir si una reacción particular ocurrirá (consideraciones termodinámicas). Algunas de las siguientes son usadas en el estudio de la química: series de actividad, reglas en reacciones de intercambio, constantes de equilibrio, constantes de producto de solubilidad, potenciales de oxidación-reducción y energías libres de reacción. Sin embargo, la predicción de qué tan rápido una reacción química ocurrirá es mucho más complicada. El último factor que controla la velocidad de reacción involucra el mecanismo de reacción, el cual involucra un gráfico de tiempo detallado de cómo las moléculas y átomos están interactuando durante el curso de la reacción.

La reacción en estudio

En esta práctica, el ion trans-dicloro-bis (etilendiamina) cobalto (III), $[Co(en)_2Cl_2]^+$, es un ion complejo que forma una disolución verde* cuando es disuelta en agua (véase práctica 1) y en donde el ligante etilenediamina ($H_2N\text{-}CH_2\text{-}CH_2\text{-}NH_2$) actúa como un ligante bidentado, lo cual indica que en este complejo el ion cobalto (III) tiene un número de coordinación seis. En disolución, una molécula de agua puede reemplazar uno de los iones cloruro presentes en el complejo, dando una mezcla de trans- y *cis*- $[Co(en)_2Cl(H_2O)]^{2+}$, la cual forma en su conjunto una disolución rosa:

* El isómero *cis*-$[Co(en)_2Cl_2]Cl_2$ es un sólido morado que en disolución acuosa presenta un color rojo intenso, y difícil de acuar.

$$\underset{\text{verde}}{\text{trans-}[Co(en)_2Cl_2]^+} + H_2O \rightarrow \underset{\text{rosa}}{[Co(en)_2Cl(H_2O)]^{2+}} + Cl^-$$

En la cual, la reacción puede ser expresada por la ecuación de velocidad dada por:

$$-\frac{\partial\left[\left[Co(en)_2Cl_2\right]^+\right]}{\partial t} = k\left[\left[Co(en)_2Cl_2\right]^+\right]^n \qquad (14.1)$$

Donde k es la constante de velocidad y n es el orden aparente de la reacción. En esta ecuación de velocidad se puede apreciar que depende sólo de la concentración del complejo de cobalto (III). Se debería esperar que la concentración de H_2O entre en la expresión de velocidad. Sin embargo, y dado que esta práctica es hecha en disolución acuosa, la concentración es grande (55M) y permanece casi constante. Así, cualquier dependencia en $[H_2O]$ es incorporada a la constante de velocidad *k*.

Por todo lo anterior, el propósito de esta práctica es estudiar la cinética de los compuestos de coordinación mediante una reacción de sustitución, donde la especie entrante es una molécula de agua (acuación).

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿A qué se refieren los términos "estabilidad cinética" y "estabilidad termodinámica"?
- ¿A qué se refieren los términos inerte, lábil, estable e inestable?
- ¿Qué es la cinética química y qué factores que influyen en la rapidez de una reacción? Indicar cómo influyen el tamaño, la carga y la configuración del ión central en la velocidad de reacción de un ion metálico de transición.
- ¿Qué se conoce como cinética de reacción de orden cero (0), de orden 1 y de orden 2? ¿Cómo es posible saber si una reacción sigue uno de estos órdenes de reacción? En cada uno de estos casos, ¿cómo se calcula el tiempo de vida media de una reacción química?
- ¿Qué se conoce como reacción de acuación? ¿Qué es una reacción de hidrólisis básica y de hidrólisis ácida? ¿Cuál es la diferencia entre estos tipos de reacción?
- ¿Cuál es la ecuación de Arrhenius (cinética química) y qué información es posible obtener de ella?
- Investigar los siguientes tipos de mecanismos de reacción que pueden sufrir los compuestos de coordinación: Mecanismos de intercambio asociativo y de intercambio disociativo, reacciones redox de esfera interna y reacciones redox de esfera externa.
- Investigar los efectos de los ligantes en la cinética de sustitución de complejos d^8 cuadrado planos:
  a. Efecto trans e influencia trans
  b. Efecto cis.

- ¿La estabilidad que presentan los compuestos de cobalto (II) es la misma a la que presentan los compuestos con cobalto (III)? ¿En qué se diferencian?
- El ion complejo trans-$[Co(NH_3)_4Cl_2]^+$ en disolución acuosa absorbe luz principalmente en la región roja del espectro visible (la absorción más intensa es a 680 nm). ¿Qué color se espera muestre el complejo en disolución acuosa? ¿Cuál es su color complementario?

Nota: traer 4 hojas de papel milimétrico por equipo.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

1	Matraz bola de 100 ml, o tubo de ensaye largo		$[Co(en)_2\ Cl_2]Cl$
1	Termómetro		Agua destilada
1	Pipeta graduada de 5 ml		
1	Baño maría	1	Cronómetro
1	Mechero de Bunsen		Espectrofotómetro
1	Propipeta		
1	Tripie		
2	Celdas para espectrofotómetro		

PROCEDIMIENTO

Indicaciones adicionales

- Los compuestos de cobalto (III), así como la etilendiamina, son clasificados como tóxicos e irritantes por lo que se recomienda el uso de lentes protectores y guantes de látex o neopreno durante la realización de esta práctica. En caso de que estas sustancias toquen la piel o ropa, procurar lavar el área afectada inmediatamente con mucha agua y consultar al profesor.
- Las mediciones de cinética serán hechas usando un espectrofotómetro y las instrucciones para su uso están disponibles con el laboratorista o cerca del instrumento.
- El complejo trans- $[Co(en)_2Cl_2]^+$ fue también obtenida en la práctica 5, y es comercialmente disponible como la sal cloruro, trans-$[Co(en)_2Cl_2]Cl$.

Parte 1. Determinación de longitud de onda de trabajo (λ_{max})
Cuidados

- Las mediciones de cinética serán hechas a la longitud de onda seleccionada en el primer punto.
- Dado que ambos complejos en la reacción absorben en la región del visible, la absorbancia se mantiene alta durante el curso entero de la reacción. Para obtener una mejor exactitud y precisión en las mediciones, es mejor usar la disolución inicial a tiempo cero ajustado como 100%, en vez de una muestra de agua pura. Este procedimiento expandirá la escala del espectrofotómetro.
- Un intervalo de concentraciones iniciales favorables para las mediciones cinéticas es de 0.01–0.02 M. Hacer todos los cálculos para la preparación de las disoluciones antes de ir al laboratorio.
- Usar un tubo prueba, sujetarlo en el baño junto al matraz de reacción.

1. Medir el espectro de absorción en la región del visible (400-800 nm) de una disolución diluida de $[Co(en)_2Cl_2]^+$ preparada recientemente. En este primer punto, la concentración no es importante para determinar el espectro. Anotar los resultados obtenidos en la tabla 14.1 y graficar los resultados obtenidos en papel milimétrico. Escoger una longitud de onda (λ_{max}) apropiada para el análisis y referenciar bien los espectros de absorción obtenidos.
2. Calentar la disolución a 70 ºC para que se hidrolice, lo que resulta en $[Co(en)_2(H_2O)Cl]^{2+}$. Medir su espectro UV-Vis y registrar los datos de absorbancia en tabla 14.1:

Tabla 14.1: valor experimental de absorbancia en función de longitud de onda

Compuesto _____

Longitud de onda (nm)	Absorbancia inicial (U.A)	Absorbancia final (U.A)	Longitud de onda (nm)	Absorbancia inicial (U.A)	Absorbancia final (U.A)
400	_____	_____	620	_____	_____
420	_____	_____	640	_____	_____
440	_____	_____	660	_____	_____
460	_____	_____	680	_____	_____
480	_____	_____	700	_____	_____
500	_____	_____	720	_____	_____
520	_____	_____	740	_____	_____
540	_____	_____	760	_____	_____
560	_____	_____	780	_____	_____
580	_____	_____	800	_____	_____
600	_____	_____		_____	_____

Parte 2. Determinación del orden de reacción

1. Colocar un matraz bola de 100 ml, o un tubo de ensaye largo, en un baño de agua termostateado (35 °C) y agregar 25 ml de agua destilada. Instalar el equipo como el montado en la figura 14.1.

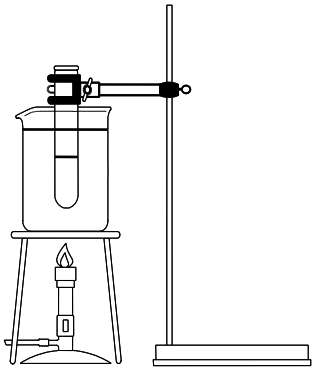


Figura 14.1 diseño experimental para las mediciones de cinética en la determinación del orden de reacción.

2. Medir la temperatura del agua dentro del matraz y la temperatura del baño durante 10 minutos (mínimo) y el cual debe variar ± 2 °C.
3. Adicionar 140 mg de trans- $[Co(en)_2(Cl)_2]Cl$ al matraz bola. Anotar todos los resultados en la tabla 14.2
4. Tomar alícuotas de 2-3 ml de la disolución puesta en el agua del baño empleando, ya sea pipetas Pasteur o pipetas graduadas de 5 ml, con sus respectivas propipetas.
5. Verter la disolución en una celda espectrofotométrica de 3 ml y determinar rápidamente la absorbancia de la alícuota en el espectrofotómetro según los tiempos sugeridos en la tabla 14.2. Posteriormente, regresar la alícuota al matraz de reacción dispuesto en el baño de agua.
6. Cuando todas las alícuotas han sido colectadas, y medida su absorbancia, dirigir la reacción hacia su término, calentando el baño de agua a 70 ºC. Remover el mechero de Bunsen y dejar la mezcla de reacción 5 minutos más en el agua caliente. Obtener una alícuota final y medir su absorbancia. Esta representa la reacción a tiempo infinito (t_∞).
7. Graficar $\ln (A_t - A_0)$ vs t y calcular la constante de velocidad, *k*.

Tabla 14.2: datos de absorción para la determinación del orden de reacción.

Compuesto:_____ Temperatura Exp: _____°C λ a monitorear (nm):_____

Tiempo sugerido (min:sec)	Tiempo exp. (s)	Abs (U. A.)
1 : 00		
3 :00		
5 :00		
8 :00		
11:00		
15:00		
20:00		
25:00		
35:00		
∞		

Notas

- Usar el ajuste de la curva por mínimos cuadrados para determinar la pendiente, constante de velocidad y la incertidumbre en la constante de velocidad.
- Una forma alterna al punto 4 es sacar la alícuota del matraz de reacción y colocarla en un vial puesto en hielo, ya que en temperaturas cercanas a los 0 °C, una disolución acuosa de *trans*-$[Co(en)_2(Cl)_2]^+$ no experimenta ningún acuación apreciable, lo que da tiempo para esperar a que un espectrofotómetro esté disponible.
- Asegurar las concentraciones en cada corrida con buena exactitud (±3%). ¿Las concentraciones iniciales para cada corrida tienen que ser exactamente iguales?
- Es esencial mantener un estricto control de la temperatura. Colocar un tubo de prueba lleno de agua en un baño de agua, y permitir que alcance la temperatura del baño antes de agregar el $[Co\ (en)_2(Cl)_2]Cl$. Si el agua del baño está demasiado caliente, agregar un poco de hielo o agua de hielo para bajar la temperatura.
- No olvidar anotar en la bitácora todos los valores de absorbancia medidos así como el tiempo en el cual se extrajo la muestra del matraz de reacción y la temperatura a la cual se está trabajando.

Parte 3: Determinación de la Energía de Activación y el factor pre-exponencial en la ecuación de Arrhenius.

Los estudiantes trabajarán en equipo para la realización de esta parte de la práctica. A cada equipo se le asignará una temperatura (40 –70 ºC) específica con la cual desarrollarán nuevamente el experimento de la parte 1, con el fin de obtener datos para completar la tabla 14.3.

Tabla 14.3: Datos de absorción para la determinación de la energía de activación y del factor pre-exponencial en la ecuación de Arrhenius.

Compuesto _____ λ a monitorear (nm) _____

Temp. (ºC)

40 T exp.	Abs.	**50** T exp	Abs.	**60** T exp	Abs.	**70** T exp	Abs.
1:00		1:00		0:30		0:30	
3:00		3:00		1:00		1:00	
5:00		5:00		1:30		1:30	
8:00		7:00		2:00		2:00	
11:00		10:00		3:00		2:30	
15:00		12:00		4:00		3:00	
20:00		15:00		6:00		3:30	
25:00		20:00		8:00		4:00	
35:00		25:00		10:00		5:00	
∞		∞		∞		∞	

Notas

- Se debe determinar la energía de activación y el factor preexponencial. Esta determinación requerirá probablemente cerca de cinco mediciones a diferentes temperaturas. Un intervalo de temperaturas conveniente para las mediciones de velocidad es entre 40-70 °C.
- Asegurar las concentraciones en cada corrida con buena exactitud (±3%). ¿Las concentraciones iniciales para cada corrida tienen que ser exactamente iguales?
- Es esencial mantener un estricto control de la temperatura. Colocar un tubo de prueba lleno de agua en el baño de agua, y permitir que alcance la temperatura del baño antes de agregar el $[Co\ (en)_2(Cl)_2]Cl$. Si el agua del baño está demasiado caliente, se puede agregar un poco de hielo para bajar la temperatura.

- Calcular y graficar los datos, ln k vs 1/T, y determinar la energía de activación y el factor preexponencial de la pendiente y de la intercepción de la línea recta siguiendo la ecuación de Arrhenius. Utilizar un ajuste de la curva por mínimos cuadrados para determinar los valores de los parámetros y sus incertidumbres.
- No olvidar anotar en la bitácora todos los valores de absorbancia medidos, así como el tiempo en el cual se extrajo la muestra del matraz de reacción y la temperatura a la cual se está trabajando.
- Graficar los datos como se discutió arriba, determinar la energía de activación y el factor preexponencial de la pendiente y de la intercepción de la línea recta. Utilizar un ajuste de la curva por mínimos cuadrados para determinar los valores de los parámetros y sus incertidumbres.
- La vida media de la reacción se puede medir sin el uso de un espectrofotómetro, comparando el color de la reacción a una referencia hecha de una mezcla de 50:50 del complejo dicloro no hidrolizado y el complejo cloro-acuo hidrolizado. Este color de referencia es posible puesto que en temperaturas cercanas a los 0°C, una solución acuosa de $[Co\ (en)_2(Cl)_2]^+$ no experimenta ningún acuación apreciable. Una solución del cloro-acuo complejo hidrolizado puede ser preparada poniendo una solución del complejo dicloro en un baño de agua caliente de 5 a 10 minutos o usando la solución final de la parte I.

REPORTE

1. En la parte de resultados proporcionar los datos en forma tabular, incluyendo toda la información necesaria para repetir estos cálculos, así como todos los gráficos obtenidos.
2. Reportar el orden de la reacción y la constante de velocidad a 35 °C. la energía de activación y el factor preexponencial en la ecuación de Arrhenius para la reacción bajo estudio. Incluir cualquier pendiente e intercepción determinadas por el ajuste de la curva por mínimos cuadrados y la incertidumbre en las cantidades.
3. Discutir el significado químico de los resultados. ¿Por qué estos resultados son útiles e importantes?
4. Discutir por qué es necesario hacer este tipo de estudio.
5. ¿Son los resultados para este sistema inusuales o se ubican dentro de la gama normal de resultados similares para otros sistemas?
6. ¿Por qué las concentraciones iniciales para cada corrida tienen que ser exactamente iguales?
7. Hacer la deducción de la ecuación de velocidad para la reacción de acuación.

BIBLIOGRAFÍA

[1] Douglas B. E., McDaniel, D. H. & Alexander, J. J. (1994). *Conceptos y modelos de química inorgánica.* Cáp. IX. Reverté.

[2] Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G. (2006). *Química Inorgánica.* Pearson Educación.

[3] Pimienta, V., Lavabre, D., Micheau, J. - C. & Levy, G. (2003). *Inorganic experiments.* En J. D. Woolins (ed.). Weinheim: Wiley-VCH.

[4] Miessler, G. L. & Tarr, D. A. (2003). *Inorganic chemistry.* Prentice Hall.

[5] Kettle, S. F. A. (2000). *Physical inorganic chemistry: A coordination chemistry approach.* Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[6] Herrick, R. S., Mills, K. V. & Nestor, L. P. (2008). Data pooling in a chemical kinetics experiment: The aquation of a series of cobalt(III) complexes: A discovery chemistry experiment. *Journal of Chemical Education,* 85, 1120.

[7] Espenson, J. H. (2002). *Chemical kinetics and reaction mechanisms.* McGraw-Hill.

[8] Tobe, M. L. & Burgess, J. (2000). *Inorganic reaction mechanisms.* Prentice Hall.

[9] Jordan, R. B. (1998). *Reaction mechanisms of inorganic and organometallic systems.* Reino Unido: Oxford Univ. Press.

[10] Wilkins, R. G. (1991). *Kinetics and mechanisms of reactions of transition metal complexes.* Weinheim: Wiley-VCH.

[11] Atwood, J. D. (1997). *Inorganic and organometallic reaction mechanisms.* Weinheim: Wiley-VCH.

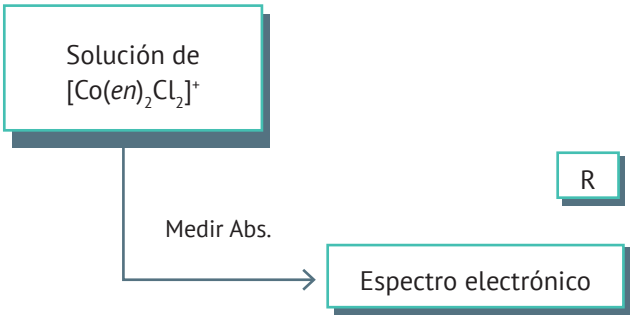
[12] Poth, T., Paulus, H., Elias, H., van Eldik, R. & Grohmann, A. (1999). *European Journal Inorganic Chemical,* 643.

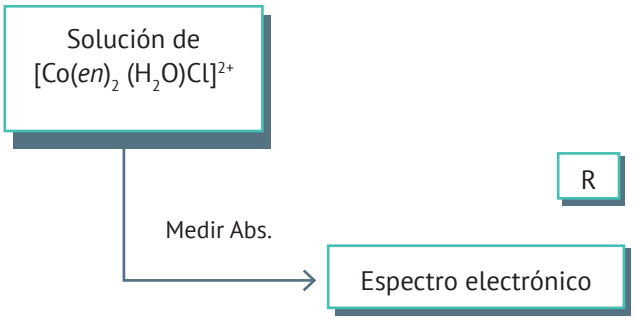
[13] Alshehri, S. & Burgess, J. (1993). Kinetics of base hydrolysis of tris-(1,10-phenanthroline)iron(II) and of solvolysis of cis-dichlorobis(1,2-ethanediamine)cobalt(III) in water + diol mixtures. *International Journal of Chemicals Kinetics,* 25, 113.

[14] Ribas- Gispert, J. (2000). *Química de coordinación.* Omega.

MAPAS ECOLÓGICOS

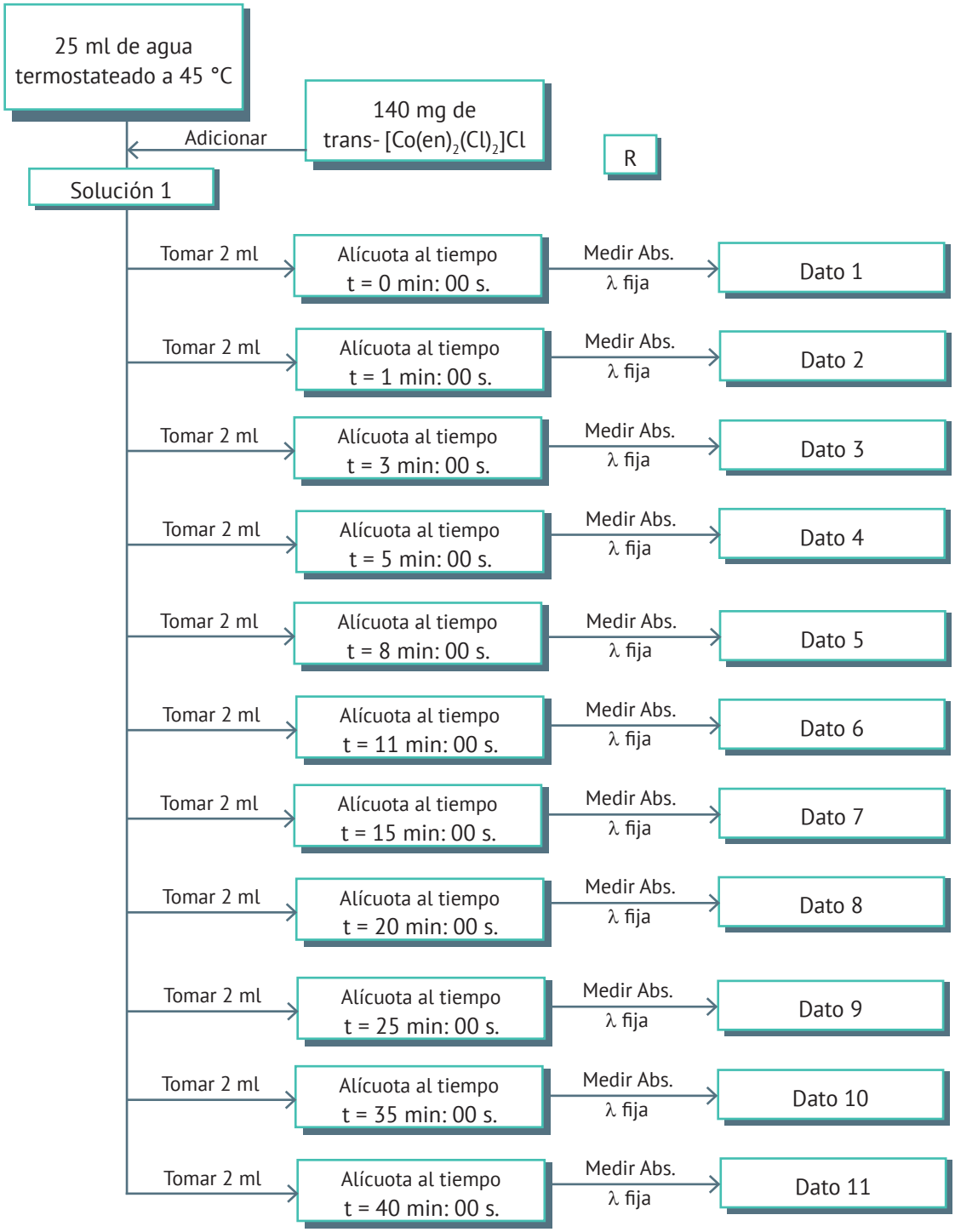
Parte 1. Determinación de λ_{max}





Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Parte 2. Determinación del orden de la reacción



Nota: los residuos (todas las alícuotas) se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Práctica

15

QUÍMICA BIOINORGÁNICA
COMPLEJOS COBRE (II)-GLICINA

(2 sesiones)

OBJETIVOS

Conocer los principios básicos de la química de los metales de transición en sistemas biológicos (química bioinorgánica). Así también, llevar a cabo la síntesis de un compuesto de Cu (II) de interés biológico.

INTRODUCCIÓN

Uno de los principales objetivos de la industria química es la preparación de nuevos y mejores productos químicos como medicamentos, plaguicidas, fertilizantes, telas, aditivos para alimentos y otras cosas utilizadas en el hogar. Sin embargo, la síntesis de productos químicos se lleva a cabo no sólo a escala industrial, sino también en los sistemas biológicos.

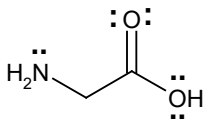
El concepto de Werner, de complejos de coordinación, fue radicalmente diferente de los conceptos químicos aceptados en su tiempo. Hoy en día, la validez de la teoría de Werner ha sido ampliamente demostrada, no sólo por haberse sintetizado con ella muchos compuestos de coordinación con características diferentes a los de la química normal, sino que también por haber encontrado que están ampliamente distribuidos en la naturaleza, como por ejemplo en el grupo hemo, el cual es necesario para el transporte de oxígeno en la sangre, y que es un compuesto de coordinación de hierro (II). Otro complejo bien conocido es la clorofila, la cual es un complejo con magnesio (II). La clorofila es la sustancia verde en plantas que es necesaria para las reacciones fotosintéticas que convierten el dióxido de carbono y el agua en glucosa y oxígeno. Cobre (II) es otro de los iones que forma compuestos de coordinación y una gran cantidad de sus complejos son encontrados en la naturaleza.

Aunque el ión cobre (II) es tóxico en apreciables cantidades, es necesario como un elemento traza en la nutrición humana. Este ión es fundamental en la función de enzimas que están involucradas en la producción de energía (mitocondria) y en la formación de melanina, elastina, huesos y tejido nervioso. El ion cobre (II) es absorbido en el estómago y en la parte superior del intestino delgado por aminoácidos y péptidos, por lo que se dice que el complejo cis-bis(glicinato) cobre(II) monohidratado es uno de estos complejos cobre-aminoácido formados inicialmente.

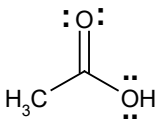
En esta práctica se realizará la síntesis de este complejo de cobre (II)-aminoácido, partiendo inicialmente de acetato cúprico. La primera parte de la práctica puede ser vista como una reacción de doble desplazamiento entre el acetato de cobre y la glicina:

$$Cu(C_2H_3O_2)_2\ (ac)\ +\ 2\ HC_2H_4NO_2\ (ac)\ \rightarrow\ Cu(C_2H_4NO_2)_2\ (s)\ +\ 2\ C_2H_3O_2H\ (ac)$$

Aunque la glicina* y el ácido acético son muy similares en su estructura, por efecto quelato†, la glicina tendrá preferencia para coordinarse al ion Cu (II).



Glicina



Ácido acético

De esta forma, el objetivo de la presente práctica, además de adentrar al alumno en la participación de los iones metálicos en sistemas biológicos (química bioinorgánica), es llevar a cabo la síntesis de un compuesto de interés biológico, el complejo de cobre (II)-glicinato.

INVESTIGACIÓN PREVIA

- ¿A qué se refiere el término química bioinorgánica?
- En química bioinorgánica, ¿a qué se refieren los términos de sistemas modelo y biomiméticos?
- ¿Cuál es la función de los iones metálicos en los sistemas biológicos? Indicar al menos cinco iones metálicos que sean importantes a nivel biológico, incluyendo la función que realiza cada uno de ellos.
- En general, ¿cuáles son las posibles geometrías y los números de coordinación que puede presentar el ión cobre (II)?
- En los sistemas biológicos, ¿cuáles son las formas estructurales en las que está presente el ion cobre (II)?
- Investigar las propiedades químicas, físicas y toxicológicas, así como el manejo de todos los reactivos involucrados.

* La glicina es uno de los 20 α-aminoácidos esenciales para el correcto funcionamiento del organismo, ya que junto con los demás aminoácidos forman los péptidos y las proteínas.

† Véase práctica 7.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL, REACTIVOS Y EQUIPO

2	Vasos de precipitado de 125 ml	$(CH_3CO_2)_2Cu \bullet H_2O$
1	Pipeta graduada de 10 ml	$C_2H_5NO_2$ (Glicina)
1	Matraz Erlenmeyer de 50 ml	
1	Embudo Buchner de 125 ml	Agua destilada
1	Probeta de 50 ml	Hielo
1	Parrilla de calentamiento	Etanol
1	Agitador magnético	Acetona
2	Papel filtro	
	Manguera para vacío	Estufa
		Bomba de vacío

PROCEDIMIENTO

Parte 1. Síntesis de cis-bis (glicinato) cobre (II) monohidratado

1. Pesar 1.0 g de acetato de cobre (II) monohidratado y verterlo en un vaso de 125 ml. Adicionar 15 ml de agua destilada.
2. En otro vaso de 125 ml, pesar 0.8 g de glicina y adicionar 10 ml de agua destilada. Colocar ambos recipientes en la parrilla de calentamiento y calentar hasta el punto de ebullición. Agitar ocasionalmente mientras se calienta hasta que ambos sólidos se disuelvan.
3. Después de que se han disuelto y las disoluciones están cerca de su punto de ebullición, remover con cuidado los vasos de la parrilla y adicionar la disolución de glicina al vaso con el acetato de cobre (II) y agitar.
4. Permitir a la disolución enfriarse por unos minutos y luego colocarla en un baño con hielo.
5. Después de que los cristales azules se empiezan a formar, en un embudo Buchner (con el papel filtro previamente pesado) filtrar la disolución al vacío para colectar el producto y separar el filtrado, dado que se empleará en la segunda parte.
6. Lavar el precipitado dos veces con acetona y continuar secándolo con aire.
7. Colocar el papel filtro en la estufa a 105 ºC por 20 min. Posteriormente, pesar la cantidad de producto obtenido.

Parte 2. Síntesis de trans-bis (glicinato) cobre (II)

1. En un matraz Erlenmeyer de 50 ml, mezclar 10 ml del filtrado obtenido en la parte 1 con la mitad del producto obtenido y 500 mg de glicina.
2. Poner a ebullición durante 1 hora, y agregar ocasionalmente agua destilada a fin de procurar mantener un volumen de reacción de 10 ml.
3. Posteriormente, filtrar los cristales en caliente y lavarlos con etanol.
4. El producto se seca en la estufa, a 105 °C por 20 min, y se pesa.

REPORTE

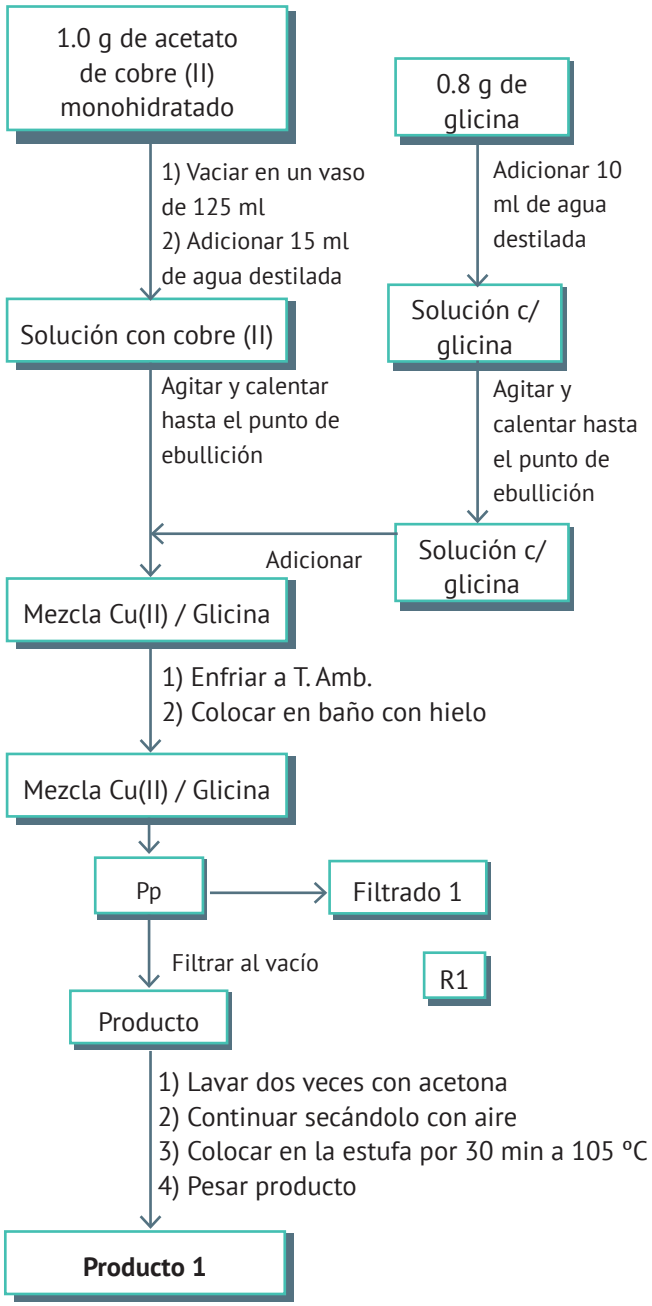
1. Descripción física de los productos obtenidos.
2. Escribir las ecuaciones químicas balanceadas.
3. El rendimiento y porcentaje de rendimiento (% Rend.) de cada una de las reacciones efectuadas.
4. ¿Por qué está favorecida la formación y cristalización del isómero cis-?
5. ¿Qué es el efecto Jahn-Teller? Proponer el arreglo espacial que presenta el ión Cu (II) en los complejos formados utilizando el efecto Jahn-Teller.

BIBLIOGRAFÍA

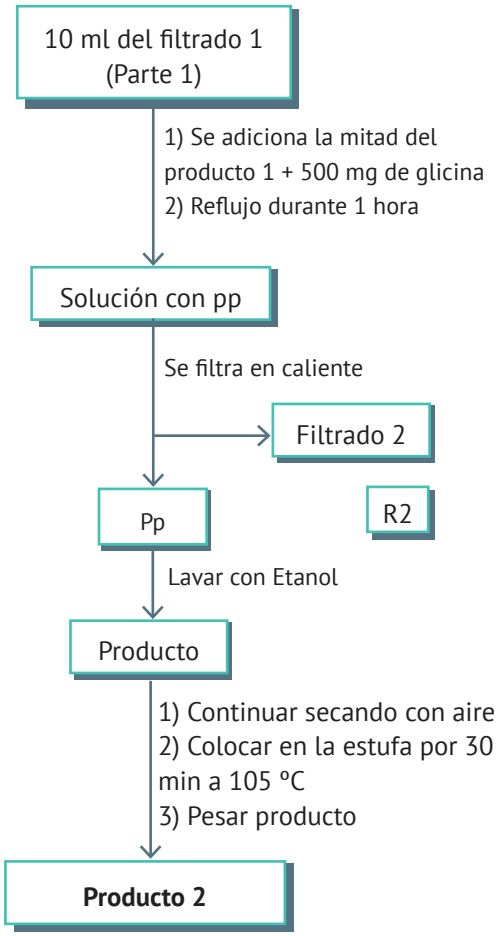
[1] Vallet, M. (coord.). (2001). *Introducción a la química bioinorgánica*. Madrid: Síntesis.
[2] Casas, J. S., Moreno, V., Sánchez, A., Sánchez, J. L. & Sordo, J. (2001). *Química boinorgánica*. Madrid: Síntesis.
[3] Huheey, J. E., Keiter, E. A. & Keiter, R. L. (1997). *Química inorgánica: Principios de estructura y reactividad*. Harla.
[4] Frausto Da silva, J. J. R. & Williams, R. J. P. (2001). *Biological chemistry of the elements*. Reino Unido: Oxford Univ. Press.
[5] Haas, K. L. & Franz K. J. (2009). Application of metal coordination chemistry to explore and manipulate cell biology. *Chemical Reviews,* 109, 4921.
[6] Williams, R. J. P. (1990). Bio-inorganic chemistry: Its conceptual evolution. *Coordination Chemical Reviews,* 100, 573.
[7] Simmonds, R. J. (1987). The synthesis of an amino acid derivative and spectroscopic monitoring of dipeptide formation. *Journal of Chemical Education,* 64, 966.
[8] Solomon E. I. (2006). Spectroscopic methods in bioinorganic chemistry: blue to green to red copper sites. *Inorganic Chememistry,* 45, 8012.

MAPAS ECOLÓGICOS

Síntesis de cis-glicinato cobre (II) monohidratado



Síntesis de trans-glicinato cobre (II)



Nota: los residuos se depositan en los frascos etiquetados para su tratamiento.

Apéndice

A

Universidad Nacional Autónoma de México
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán
Departamento de Ciencias Químicas

REGLAMENTO INTERNO PARA LOS LABORATORIOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA INORGÁNICA DE LA FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

ARTÍCULO 1º. El presente Reglamento es aplicable para los laboratorios donde se realiza trabajo experimental, sea de docencia o de investigación, así como en áreas anexas pertenecientes a la Sección de Química Inorgánica de la Facultad.
Su observancia es obligatoria para el personal académico, alumnos y trabajadores administrativos y no excluye otra reglamentación que resulte aplicable.

ARTÍCULO 2º. En todos los laboratorios de docencia será responsable de seguridad e higiene el profesor de enseñanza experimental durante el tiempo que dure la sesión, quien vigilará que el presente Reglamento se cumpla. En los casos de los laboratorios de investigación y/o en los tiempos en que se realice actividades de tesis, servicio social, etc., el académico designado como responsable del laboratorio o en su ausencia el responsable del proyecto realizará las funciones de supervisión mencionadas.

ARTÍCULO 3º. Para trabajar en los laboratorios es obligatorio que los estudiantes usen bata de algodón, cerrada, cabello recogido y, en caso necesario, guantes y gafas de seguridad. En el caso del personal académico y administrativo, el equipo de protección personal lo dictaminará la Comisión de Seguridad e Higiene de la FESC. Este equipo será de uso obligatorio. El alumno que no tenga protección no podrá permanecer en el laboratorio; será su responsabilidad contar con el equipo mencionado. Asimismo, no podrá trabajar ni permanecer dentro de los laboratorios si no se encuentra su profesor o alguien responsable que lo sustituya.

ARTÍCULO 4º. En los laboratorios queda prohibido: fumar, introducir y consumir alimentos o bebidas; la entrada al laboratorio en estado inconveniente bajo el efecto de bebidas alcohólicas, drogas y/o estupefacientes, así como el uso de lentes de contacto, zapatos abiertos (sandalia), gorras, bufandas y medias de nylon.

ARTÍCULO 5º. Los alumnos que soliciten material se hará por medio del formato de "Solicitud de préstamo de material", con tres días de anticipación, dejando como garantía su credencial oficial vigente que lo acredite como alumno de la facultad; en dicho vale deberá especificar claramente la cantidad de material, reactivo y equipo; así como asentar con claridad y veracidad sus datos personales, mismos que podrán corroborarse con los de su expediente en Servicios Escolares. En caso de no cumplir con este requisito no se les prestará material. El material roto y dañado será repuesto al laboratorio, acompañado con nota de compra con datos y logotipo del distribuidor.

ARTÍCULO 6º. Durante el desarrollo del trabajo experimental, el alumno (usuario) deberá colocar sus útiles (pertenencias) en el lugar designado para tales fines.

ARTÍCULO 7º. Queda estrictamente prohibido tocar, oler o probar cualquier sustancia, sobre todo si se desconoce su procedencia y sus características.

ARTÍCULO 8º. Cualquier muestra o solución que se guarde en los refrigeradores o anaqueles deberá estar bien envasada y etiquetada, indicando tipo de muestra, concentración, fecha de realización y nombre del proyecto o de la asignatura que la requerirá. No se permite guardar alimentos y/o bebidas en los mismos.

ARTÍCULO 9º. Las gavetas de los laboratorios serán utilizadas exclusivamente para almacenar todo lo relacionado con el trabajo experimental, mismas que serán desocupadas al termino del curso experimental.

ARTÍCULO 10º. La preparación de reactivos y soluciones deberán realizarse siempre dentro de la campana de extracción.

ARTÍCULO 11º. Queda prohibido sacar material, reactivos y equipo de los laboratorios sin autorización.

ARTÍCULO 12º. El trabajo con sustancias tóxicas, volátiles o inflamables deberá hacerse dentro de la campana de extracción. Estas sustancias deberán almacenarse en áreas específicas y perfectamente señaladas.

ARTÍCULO 13º. El profesor responsable del grupo de laboratorio asesorará al alumno en el manejo y tratamiento correcto de residuos generados en cada una de las prácticas o proyectos.

ARTICULO 14º. No se permite la presencia de personas no autorizadas en los laboratorios de docencia e investigación, así como en las áreas anexas. En los casos de trabajo de investigación y/o en los tiempos en que se realicen actividades de tesis, servicio social, etc., se efectuaran en horarios que no sean de docencia experimental.

ARTÍCULO 15º. El retardo máximo admisible será de 15 min. para el alumno; transcurrido este tiempo se le suspenderá la práctica o trabajo de laboratorio.

ARTICULO 16º. Este reglamento se dará a conocer a todos los alumnos al inicio del semestre electivo y se recabarán sus firmas de enterados. Asimismo deberá estar en un lugar visible en el laboratorio.

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"
Cuautitlán Izcalli a 12 de Abril de 2012

Aprobado por:
COMITÉ DE CALIDAD DEL DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS

Apéndice

B MEDIDAS DE SEGURIDAD SUGERIDAS APLICABLES EN EL LABORATORIO

El trabajo en el laboratorio presenta una serie de características que lo diferencian del que se desarrolla en otras áreas, e igual ocurre con los riesgos que se presentan en él. Las dos principales son su variedad y su intensidad.

Trabajar en un laboratorio químico donde se manipulan reactivos químicos, materiales de vidrio, equipos eléctricos y electrónicos, implica estar preparado para contrarrestar los problemas que pudieran ocasionar principalmente los reactivos químicos. Los problemas pueden ser de diverso carácter y generar problemas de salud. Por eso, es prioritario minimizar esos problemas mediante equipos de manipulación de gases, disponer de recipientes o envases seguros, indumentaria apropiada y dispositivos protectores.

En esta parte del manual se reúnen tópicos relacionados con la seguridad en el laboratorio, constituyendo una fuente de referencia rápida sobre este asunto, preparada para alumnos y profesionales involucrados en actividades de laboratorio químico.

B1. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO QUÍMICO

1. Usar siempre lentes de seguridad (guardapolvo) y bata, de preferencia que sea de algodón, larga y con mangas largas.
2. No uses faldas, pantalones cortos (shorts) o zapatos abiertos. Las personas de cabello largo deberán sujetarlo mientras estén en el laboratorio.
3. No trabajar solo, principalmente después del horario normal de trabajo.
4. No fumar, comer o beber en el laboratorio. Lavarse bien las manos al salir del lugar.
5. Al ser designado para trabajar en un determinado laboratorio, es muy importante conocer la localización de los accesorios de seguridad: extintores, mantas contra incendios, regaderas, etc.
6. Antes de usar reactivos que no conozcas, consultar la bibliografía adecuada e informarse sobre como manipularlos y descartarlos.
7. No devolver los reactivos a los frascos originales, así no hayan sido usados. Evitar circular con ellos por el laboratorio.
8. No usar ningún instrumento para el cual no se haya entrenado o autorizado a utilizar.
9. Verificar el voltaje de trabajo del instrumento antes de enchufarlo. Cuando los instrumentos no estén siendo usados deben permanecer desenchufados.
10. Usar siempre guantes de asbesto, para el aislamiento térmico, al manipular material caliente.
11. Nunca pipetear líquidos con la boca. En este caso, usar peras de plástico o trompas de vacío.

B2. ALMACENAMIENTO

1. Evitar almacenar reactivos en lugares altos y de difícil acceso.
2. No guardar líquidos volátiles en lugares donde puedan recibir luz.
3. Los éteres, parafinas y olefinas forman peróxidos cuando son expuestos al aire. No deben guardarse por largos periodos de tiempo, y deben ser manipulados con cuidado.
4. Al utilizar los cilindros de gases, transportarlos en carritos adecuados. Durante su uso o almacenamiento, fijarlos bien a la mesa de trabajo o a la pared. Los cilindros con válvulas defectuosas deben ser devueltos al proveedor.
5. Consultar la bibliografía indicada para obtener información sobre el almacenamiento de productos químicos, asegurándose que los reactivos incompatibles sean guardados separadamente.

B3. MATERIAL DE VIDRIO Y CONEXIONES

1. Al usar material de vidrio, verificar su condición. El vidrio caliente puede tener la misma apariencia que la del vidrio frío. Cualquier material de vidrio que esté astillado debe ser rechazado.
2. Los vidrios rotos deben ser descartados en un recipiente apropiado.
3. Usar siempre un pedazo de tela para proteger la mano cuando se esté cortando vidrio o cuando se estén introduciendo en orificios. Antes de insertar tubos de vidrio (termómetro, etc.) en tapas de goma o de corcho, lubricarlos.
4. No usar mangueras de látex viejas. Hacer las conexiones necesarias utilizando mangueras nuevas y pinzas adecuadas.
5. Tener cuidado especial al trabajar con sistemas al vacío o a presión. Los desecadores al vacío deben ser protegidos con cinta adhesiva y colocados en rejas de protección adecuadas.
6. Antes de iniciar alguna práctica, verificar que todas las conexiones y uniones estén seguras.

B4. REALIZACIÓN DE LAS PRÁCTICAS

1. Nunca adicionar agua sobre ácido. Lo correcto es adicionar ácido sobre agua.
2. Al experimentar el olor de productos químicos, no colocar el producto o el frasco directamente en la nariz.
3. Cuando se esté manipulando frascos o tubos de ensayo, no dirigir la abertura en dirección propia o en dirección de otras personas.
4. Prestar atención cuando haya que realizar procesos de calentamiento.
5. Tener cuidado para no quemarse al utilizar nitrógeno o CO2 líquidos.
6. La destilación de solventes, manipulación de ácidos y compuestos tóxicos y las reacciones que generen gases tóxicos son operaciones que deben ser realizadas en campanas de extracción con buen arrastre.
7. Las válvulas de los cilindros deben ser abiertas lentamente con las manos o usando llaves apropiadas. Nunca forzar las válvulas con martillos u otras herramientas, ni dejarlas con presión cuando el cilindro no esté siendo usado.

8. Siempre que sea posible, antes de realizar reacciones donde no se conozcan totalmente los resultados, hacer una reacción en pequeña escala en la campana.
9. Al trabajar con reacciones peligrosas (peligro de explosión, generación de material tóxico, etc.) o cuya peligrosidad se desconozca, proceder de la siguiente forma:

    a. Avisar a los compañeros del laboratorio.
    b. Trabajar en una campana con buen arrastre, retirando todo tipo de material inflamable. Trabajar en un área limpia.
    c. Usar protector acrílico para la cara.
    d. Tener un extintor cerca y listo para ser usado.

10. Al ausentarse de la mesa de trabajo o dejar reacciones en marcha durante la noche o durante el fin de semana, llenar la ficha de identificación adecuada. En el caso de que no esté disponible, improvisar una y colocarla en un lugar visible y cercano al experimento. En ella deben constar informaciones sobre la reacción en marcha, nombre del responsable y de su superior inmediato, con dirección y teléfono para contacto. Además deben constar informaciones de como proceder en casos de accidentes o a falta de agua y/o electricidad.
11. La última persona en salir del laboratorio debe apagar todo y desenchufar los instrumentos.

B5. RESIDUOS

1. Los residuos de solventes de reacciones y de rotvapores deben ser colocados en frascos apropiados para ser tratados para descarte. Evitar mezclar los solventes. Para esto sugerimos la siguiente separación: solventes clorados, hidrocarburos, alcoholes y cetonas, éteres y ésteres, acetatos y aldehídos. Siempre que sea posible indicar también los porcentajes aproximados de los componentes, ya que estos tipos de residuos se acostumbran ser incinerados por empresas especializadas que exigen una descripción minuciosa del material que reciben. Verificar primero si es posible recuperar estos residuos en el laboratorio.
2. Los residuos acuosos ácidos o básicos deben ser neutralizados en el caño antes de ser descartados, y solo después de esto podrán ser desechados. Para el descarte de metales pesados, metales alcalinos y de otros residuos, consulta anticipadamente la bibliografía adecuada.
3. El uso de disolución sulfocrómica para limpieza está prohibido en la mayoría de laboratorios. En el caso de usarla no hacer el descarte directamente en el caño.

B6. ACCESORIOS DE SEGURIDAD

Cuando se esté trabajando en un laboratorio, se debe hacer lo siguiente:

1. Localizar los extintores y verificar a qué tipo pertenecen y qué tipo de fuego pueden apagar.
2. Localizar las salidas de emergencia.
3. Localizar la caja de primeros auxilios y verificar los tipos de medicamentos existentes y su utilidad.
4. Localizar la caja de máscaras contra gas. Si es necesario usarlas, verificar siempre la existencia y la calidad de los filtros adecuados para su utilización.

5. Localizar la llave general de electricidad del laboratorio y aprender a desligarla.
6. Localizar la manta o frazada anti fuego.
7. Localizar la caja o cubeta con arena.
8. Localizar el lavaojos más cercano y verificar sí está funcionando correctamente.
9. Localizar la ducha y verificar sí está funcionando correctamente.
10. Informarse sobre los teléfonos en casos de emergencia (hospitales, ambulancia, bomberos, etc.)

IMPORTANTE: Además de localizar estos accesorios, se deberá saber utilizarlos correctamente. Así, para una rápida referencia, consultar a la persona responsable de la seguridad del laboratorio o en los manuales especializados.

B7. REFERENCIAS

(1) Santos, E. & Cruz Gavilán, I. (2002). *Manual de procedimientos de seguridad en los laboratorios de la UNAM*. México: UNAM-DGIRE.
(2) STPS (1998). Norma Oficial Mexicana. NOM-005-STPS-1998. *Condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo para el manejo, transporte y almacenamiento de sustancias químicas peligrosas*. México: STPS.
(3) STPS (2000). Norma Oficial Mexicana. NOM-018-STPS-2000. *Sistema para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas en los centros de trabajo*. México: STPS.
(4) STPS (2008). Norma Oficial Mexicana. NOM-026-STPS-2008. *Colores y señales de seguridad e higiene, e identificación de riesgos por fluidos conducidos en tuberías*. México: STPS.
(5) STPS (2005). Norma Oficial Mexicana. NOM-052-SEMARNAT-2005. *Características, procedimiento de identificación, clasificación y listado de los residuos peligrosos*. México: STPS.
(6) STPS (2002). Norma Oficial Mexicana. NOM-087-ECOL-SSA1-2002. *Protección ambiental - Salud ambiental - Residuos peligrosos biológico-infecciosos - Clasificación y especificaciones de manejo*. México: STPS.
(7) International Organization for Standardization (2003). ISO 7010 – 2003. *Graphical symbols– Safety colours and safety sings – Safety sings used in workplaces and public áreas*. Suiza: ISO.
(8) Committee on Hazardous Substances in the Laboratory (1983). *Prudent practices for disposal of chemicals from laboratories*. Washington DC, USA: National Academic Press.
(9) Guardino - Sola, X., et al. (1992). *Seguridad y condiciones de trabajo en el laboratorio*. Madrid: INSHT.
(10) Lunn, G. & Sansone, E.B. (1990). *Destruction of hazardous chemicals in the laboratory*. New York, USA: John Wiley & Sons.
(11) Picot, A. & Grenouillet, P. (1992). *La securité en laboratoire de chimie et de biochimie*. (2° ed.). Paris: Technique et Documentation – Lavoisier.
(12) Turuguet, D. & Guardino, X. (1983). *Procedimientos para la eliminación de residuos*. Traducción del Laboratory Waste Disposal Manual, MCA, Londres). Documento Técnico Nº 20, Madrid: INSHT.

http://www.segulab.com/seguridad_laboratorio.htm

Apéndice

C ESQUEMA TÍPICO DE UN REPORTE CIENTÍFICO

La anotación de observaciones experimentales, resultados y las conclusiones son una de las tareas más importantes en cualquier disciplina científica. Aquí se presenta un formato del Informe de Laboratorio para ayudarte a adoptar un acercamiento sistemático a esta tarea. Este formato contiene el espacio para observaciones y las tablas para los datos (resultados experimentales) obtenidos.

Resumen
Un breve resumen de lo encontrado en el experimento (no usar primera persona cuando se escribe un reporte científico, por ejemplo, "los resultados muestran que.....", en vez de "nuestros resultados mostraron que...")

Objetivos
Los objetivos a cubrir o los propósitos a alcanzar.

Introducción
Un breve resumen, en palabras propias del autor, de los principios y teoría del fenómeno y la técnica involucrada en el experimento. (Nota; No copiar texto directamente del manual. Es importante que el profesor pueda observar que lograste comprender el experimento).

Método
Describe el método usado. Esta sección siempre está hecha en tiempo pasado, no copiar del manual. Un reporte establece que se hizo desde cero, no que ha sido copiado de otro texto. Es aceptable referirse a este manual para esta parte, detallando sólo el procedimiento experimental, el cual se deriva del manual. Incluir resultados relevantes de cálculos, que estarán hechos en los apéndices, necesarios para seguir el procedimiento

Resultados
Se anotan los resultados que se obtuvieron. Desde la descripción física del producto obtenido, así como cualquier observación hecha, como cambios de color o temperatura, etc. Se incluyen también tablas y gráficos, y todos los cálculos usados cuando sea posible.

Análisis y discusión
No sólo se cita el resultado final sino que también se discute su significado. Incluye ecuaciones químicas, rendimientos, etc. Cuando sea posible se comparan los resultados con expectativas teóricas y se analiza las posibles causas de esta discrepancia. También se hace un análisis de los errores (o al menos se considera), y se discute las fuentes de error y como impactan éstos en los resultados. No sobreestimar el significado de considerar los errores; por ejemplo, no explicar discrepancias en los resultados simplemente como "errores humanos", En algunos casos, las fuentes de error vienen de limitaciones en el procedimiento experimental en sí, como exactitud en el material volumétrico usado, limites de detección del equipo instrumental, etc., o de lo difícil de prevenir fuentes de interferencia externas tales como la oxidación por el aire. Como nota final, debe ser evidente al lector qué se mide en los resultados y qué significan.

Conclusiones
Un breve resumen de las conclusiones alcanzadas durante la discusión y que vayan de acuerdo a los objetivos del reporte. ¿Se cumplieron? ¿Por qué si o por qué no?

Material adicional o complementario
Refiérase a material, tablas con todos los datos, gráficos o espectros, que complementen o enriquezcan la discusión de los resultados expuestos en el reporte.

Referencias o literatura consultada
Se listan y anotan las fuentes de información que se usaron para construir y dar sustento al reporte. Por ejemplo, el manual de laboratorio para la sección experimental, libros relevantes para la introducción y cualquier otra literatura científica usada, como artículos de revistas, por ejemplo.

Para la cita de referencias bibliográficas y hemerográficas según sea el caso, se suele escribir de la siguiente forma:

- ✓ Libro; autor 1, autor 2 y autor 3*, "**Titulo del libro (negritas)**", No. Edición, editorial, año, ***pp. (totales) o Págs. x-y, z (p. e: Huheey, J. E., Keater, E. A. & Keater, R. L., "**Inorganic chemistry; principles of structure and reactivity**", 4th Edit., Harper Collins, 1993, Págs. 380-390.)

- ✓ Artículo de revista; autor 1, autor 2 y autor 3, Titulo de la revista abreviado (cursiva), **volumen (negrita)**, Págs., año (p.e:.P. Pat, A. Pandy, Chem. Eur. J., **7**, 222-229, 2001)

*Cuando se tiene más de dos autores se suele simplificar escribiendo sólo el del primer autor y se anexa la abreviación latina *et al*. (Del latín *et alii* "y otros") de tal manera que evita tener que enlistarlos a todos.

Apéndice

D EVALUACIÓN DE DATOS EXPERIMENTALES

Los químicos deben estar familiarizados con métodos para determinar y analizar los errores máximos en cualquier medición. Ninguna medida es perfecta y así decidir por (o hablar de) el "mejor valor", y la confiabilidad de este valor.

El "mejor valor" normalmente se toma como la media aritmética de una serie de dimensiones si todos son igualmente confiables o, si no. Una media pesada, el peso asignado a una figura particular que es determinado por su confiabilidad. La confiabilidad de una medida es tan importante como el propio valor. Los errores en las mediciones pueden ser clasificados como:

a. Errores aleatorios o al azar, que se levantan de la falta de habilidad personal o imperfecciones en el aparato. Los ejemplos son los errores involucrados juzgando el momento de pasaje de un menisco más allá de una marca en un viscosímetro, o los errores del azar instrumentales introducidos por un galvanómetro con un cero variando en posición.
b. Errores sistemáticos: son aquellos que en medidas repetidas de la misma cantidad, bajo las mismas condiciones, siempre tiene el mismo valor numérico y signo. Los errores sistemáticos pueden ser instrumentales en su origen, por ejemplo, la calibración incorrecta de una celda normal en un potenciómetro o el error introducido al usar una pipeta que da un volumen incorrecto. Además, consideraciones teóricas que no se justifican totalmente pueden introducir errores sistemáticos; por ejemplo, los errores normalmente son introducidos al despreciar los coeficientes de actividad al calcular constantes de equilibrio o de partición.

Por lo que se refiere a la clasificación anterior de errores, la confiabilidad de una medida puede expresarse de dos maneras:

d. Precisión: Se toma para medir la exactitud del método en cuanto es determinado por errores aleatorios solamente. Mide la habilidad del investigador de reproducir sus observaciones con el mismo aparato. Cuando se disponen de suficientes observaciones, la precisión puede evaluarse por medios estadísticos.
e. Exactitud: Denota la diferencia entre el valor medio de una serie de observaciones y el valor verdadero de la cantidad a ser medida. Tanto errores sistemáticos como al azar pueden contribuir a la inexactitud de un resultado. Por otro lado, los errores al azar pueden ser principalmente eliminados con el cuidado suficiente y habilidad en la experimentación, pero el resultado puede ser bastante inexacto debido a los errores sistemáticos residuales. Éstos sólo pueden evitarse con la calibración cuidadosa del aparato y consideración de todas las posibles correcciones. Fuentes bastante inesperadas de error se revelan a menudo cuando la misma cantidad es medida en otro laboratorio, o por diferentes métodos.

D1. EL ERROR MÁXIMO

En las mediciones en química es poco usual tener un número suficiente de observaciones para calcular el error por métodos estadísticos. En la práctica habrá normalmente alguna compensación de errores, pero los cálculos son simples en caso extremo.

Adición y Sustracción

$$\text{Si } H = p \pm q \qquad \text{Entonces } |\delta H| = |\delta p| + |\delta q|$$

Así, el error máximo en una suma o diferencia, es la suma de los valores absolutos, de los errores máximos en las cantidades medidas.

Ejemplo: Si 15.00 cm^3 se corre fuera de una bureta calibrada en una titulación el error máximo V en el punto final se da por:

$$\Delta V = 0.015 + 0.015 + 0.02 = 0.05 \text{ cm}^3$$

Si la posición del menisco puede juzgarse a ± 0.015 cm^3 y hay una incertidumbre de mitad de gota (0.02 cm^3) en determinar el punto final por medio de un indicador.

Multiplicación y División

Si $H = p \cdot q$,

$$\text{Entonces } |\delta H| = |q\,\delta p| + |p\,\delta q|$$

$$|\delta H/H| = |\delta P/P| + |\delta Q/Q|$$

La misma ecuación se aplica para $H = (p/q)$. Del error del porcentaje máximo en un producto o cociente es igual la suma de los errores de porcentaje en las cantidades medidas.

Ejemplo: Si un rectángulo es 10.0 ± 0.1 centímetro de largo y 5.0 ± 0.1 centímetro de ancho, el error máximo δA en su área se da por:

$$(\delta A/ 50.0) = (0.1/10.0) + (0.1/5.0) + 0.02$$

$$\delta A = 1.5 \text{ cm}^2 \text{ o un error de 3\%.}$$

Logaritmos

$$\text{Si } H = 1n\ x \qquad \text{Entonces } \delta H = |\delta X/X|$$

D2. NÚMERO DE CIFRAS SIGNIFICATIVAS

La exactitud o la precisión de una medida deben ser indicadas por el número de las cifras significativas usadas en registrar su magnitud, y tomarse cierto cuidado en no usar demasiadas cifras significantes. Las cifras significativas de un número deberían incluir todos los dígitos, pero generalmente sólo el primer dígito dudoso de ese número se menciona.

Así, una temperatura registrada como 25.3, indica que el observador estaba seguro que la temperatura era 25°, pero que el número exacto de décimas era incierto. Por ejemplo: uno pueda citar la temperatura anterior como 25.3 ± 0.1.

En ciertas circunstancias un método alternativo es tener una segunda cifra incierta como un subíndice. Si, por ejemplo, una serie de resultados será promediada o tratada estadísticamente en algún paso posterior. Actualmente, la presentación de un resultado experimental está incompleta a menos que el error experimental se indique. Los ceros que preceden a los números en un fragmento decimal no son significantes. Así $\Delta T = 0.004$ indica que la diferencia de temperatura se conoce a sólo una cifra significativa.

D3. ANÁLISIS DE GRÁFICAS

En varias prácticas en este curso se le pedirá que dibuje gráficas. Las gráficas son una manera útil de presentar los datos, porque ellos permiten a menudo observar comportamientos o tendencias en los datos. Las gráficas también hacen posible identificar datos que pueden ser sospechosos porque no cumplen con obvias tendencias.

Una gráfica debe dibujarse propiamente para que el lector pueda comprender fácilmente la información que contiene. Los puntos importantes que debe cubrir una gráfica son:

✓**Título:** una gráfica debe tener un título para describir que representa, por ejemplo: "Espectro de Absorción de Dicromato de Potasio ([K2Cr2O7] = 0.0032 mol /L, longitud de celda = 1 centímetro)". El título debe incluir la información necesaria para reproducirse la gráfica. Los ejes también deben ser los etiquetados. Estas etiquetas deben incluir las unidades apropiadas.

✓**Escala:** la escala de ambos ejes deben escogerse adecuadamente para que los datos sean razonablemente cubiertos. Una gráfica de una página, llena con datos contenidos dentro del espacio del tamaño de la uña del dedo pulgar es difícil de leer. Por otro lado, si la escala es demasiado grande, los errores implícitos en los puntos de los datos también serán grandes.

✓**El origen:** no hay ninguna necesidad de incluir el origen (0, 0) en su gráfico. A fin de abarcar en forma conveniente los datos, generalmente, se pondrá fuera el origen de los ejes.

✓**Los ejes:** en la mayoría de los experimentos, una variable es cambiada por el experimentador (misteriosamente llamada variable independiente) quién entonces mide el cambio resultante en alguna otra variable (variable dependiente). Es conveniente trazar la variable independiente en el eje horizontal.

✓**Los puntos de los datos,** en los que una línea se basa deben ser obvios. Un solo punto dibujado con un lápiz afilado no es adecuado. Cada punto debe marcarse con una cruz pequeña, cuadrado, etc. Todos los puntos, en una serie de datos, deben ser marcados con la misma forma.

✓**La navaja de afeitar**[†] **de Ockham** Una vez que todos los datos se han trazado puede ser necesario determinar alguna tendencia en ellos. Un principio subyacente en toda la ciencia, es que uno debe adoptar la explicación más simple que encaja con la información disponible. La consecuencia de este principio es que se debe intentar ajustar a una línea recta o si falla, será necesario "suavizar" los datos de la curva. Uno o dos puntos de los datos son incorrectos y no son suficientes para implicar una curva más complicada. Puntos de los datos que no parezcan conformar con tendencias obvias deben verificarse si el tiempo lo permite o claramente marcar los puntos que se han ignorado.

✓**Datos extras:** Las gráficas de espectros de absorción producen a menudo curvas bastante complicadas. Los puntos de más interés son los máximos locales cercanos o mínimos. Si es posible, se deben tomar lecturas extras a medida que se acerque a estos puntos para que la posición y el valor del máximo o mínimo se pueda determinar en forma más precisa.

✓**Ajuste de la curva:** el advenimiento de computadoras personales ha significado que todos los científicos tengan ahora acceso a software estadístico sofisticado para el análisis de una curva, generando una "línea de mejor ajuste" a una serie de datos (sobre todo si ellos exhiben una relación lineal). Este es un método satisfactorio para los experimentos en este manual. Una línea de mejor ajuste debe dibujarse, para que aproximadamente la mitad de los puntos se ubiquen por encima de la línea y la otra mitad debajo de ella. La distancia en la que los puntos quedan de la línea también debe estar equilibrada. Este proceso se aproxima a un "ajuste de mínimos cuadrados" de los datos.
Es probable que ninguno de los puntos de los datos quede exactamente sobre la línea de mejor ajuste. También es poco probable que la línea atraviese el origen (aun cuando la teoría indique que debe hacerlo).

[†] William de Ockham era un filósofo inglés que murió en 1349, a él se acredita el principio de economía con la hipótesis que la complejidad innecesaria debe evitarse

D4. PRESENTACIÓN DE ERRORES EN LAS GRÁFICAS

A menudo, el resultado intermedio o final de los cálculos en un experimento dado se obtiene de la pendiente o de una intercepción a la línea recta de una gráfica, por ejemplo una gráfica de y contra x. Es deseable en muchos casos evaluar la incertidumbre en la pendiente o en la posición de la intercepción.

Un procedimiento burdo de hacer esto se basa en dibujar un rectángulo sobre cada punto, con una anchura del límite de error en los valores de x y y. Esto puede hacer necesario calcular el límite de error asociado con cada valor de x y y, dado que cada punto en el gráfico puede tener errores diferentes.

La importancia del rectángulo se debe a que cualquier punto contenido en él representa una posible posición del punto "correcto" (x, y), y todos los puntos fuera de él se toman como las posibles posiciones.

Habiendo dibujado la mejor línea recta a través de los puntos experimentales, y habiendo derivado de esta línea la pendiente o intercepción, se deben dibujar otras dos líneas (punteadas) que representen los valores máximos y mínimos de la pendiente, consistentes con el requisito de que ambas líneas atraviesen cada rectángulo, como se muestra en el diagrama.

Cuando hay una media docena o más de puntos experimentales, puede ser justificable el abandonar o despreciar parcial o completamente uno o más puntos, obviamente "malos", dibujando la línea recta original y las líneas limitantes. La diferencia entre las dos pendientes o intercepciones de las líneas puede tomarse como una estimación de dos veces el límite de error la pendiente o intercepta de la mejor recta. (Figura C1)

Cuando el número de puntos es suficientemente grande, los límites de error de la posición de los puntos graficados pueden inferirse de su dispersión. Así, el límite superior y el límite inferior pueden dibujarse, y las líneas dibujadas que limitan la pendiente quedan dentro de estos límites.

Donde los puntos de los datos suficientes están disponibles para que pueda aplicarse un ajuste de regresión por mínimos cuadrados (estadística), este análisis proporciona los valores de la pendiente y sus intervalos de confianza sin dibujar los rectángulos. Trazando la línea de la regresión en la misma gráfica como los puntos de los datos, proporciona una forma de verificar los errores por computadora y es la manera más rápida de descubrir desviaciones sistemáticas de la línea de la regresión.

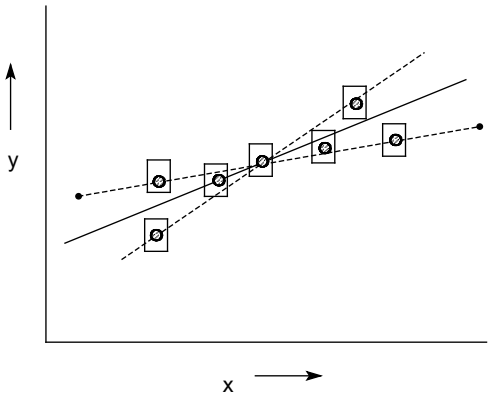


Figura D1: Ejemplo esquemático de cómo obtener los intervalos de error superior e inferior para una serie de datos experimentales.

Apéndice

E ERRORES EN LA CRISTALERÍA

La cristalería que se usa de forma habitual en el laboratorio tiene las siguientes tolerancias:

FRASCOS NORMALES

Capacidad (cm^3)	5	10	25	50	100	200	250	500	1000	2000
tolerancia ± (cm^3)	0.03	0.03	0.04	0.06	0.1	0.2	0.2	0.3	0.4	0.6

PIPETAS

Capacidad (cm^3)	1	2	5	10	20	25	50	100
tolerancia ± (cm^3)	0.02	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08	0.12

BURETAS

Capacidad (cm^3)	1	2	5	10	25	50	100
tolerancia ± (cm^3)	0.02	0.02	0.03	0.04	0.08	0.1	0.2

Error en el pesado

a. Balanza granataria: ± 0.01 g
b. Balanza electrónica: ± 0.0001 g

Apéndice

F DISOLVENTES COMUNES Y SUS PROPIEDADES*

Nombre	Fórmula	d a (g/cm^3)	Tb b(°C)	Tf b(°C)	⊠⊠c
Agua	H_2O	0.997	100.0	0	78.5
Ácido acético	CH_3CO_2H	1.051	118	16.6	6.2
Acetato de etilo	$CH_3C(O)OCH_2CH_3$	0.900	77.1	-83.6	6
Acetona	$(CH_3)_2CO$	0.790	56.2	-95.4	20.7
Acetonitrilo	CH_3CN	0.782	81.6	-45.7	36.2
Amoniaco	NH_3	--	-33.4	-77.7	27 (-60)
Benceno	C_6H_6	0.879	80.1	5.5	2.3
Ciclohexano	C_6H_{12}	0.778	80.7	6.5	2.0
Clorobenceno	C_6H_5Cl	1.106	132	-46	5.6
Cloroformo	$CHCl_3$	1.489	61.7	-63.5	4.7
Cloruro de tionilo	$SOCl_2$	1.631	75.6	-105	8.7
Decalin	$C_{10}H_{18}$	0.893	189	-125	2.2
o-diclorobenceno	$C_6H_4Cl_2$	1.306	180	-17	9.9
1,2-dicloroetano	$C_2H_4Cl_2$	1.245	83.5	-35.7	10.4
Diclorometano	CH_2Cl_2	1.326	40	-95	8.9
N, N-dimetilformamida	$HC(O)N(CH_3)_2$	0.945	153	-60.5	36.7
Dimetil sulfoxido	$(CH_5)2_SO$	1.101	189	17.9	49
Dimetoxietano	$(CH_5O\ CH_2)_{2-}$	0.868	83	-58	7.3
1,4-dioxano	$-CH_2\ O\ CH_{2-}$	1.034	102	11.8	2.2
Disulfuro de carbono	CS_2	1.263	46.2	-111.5	2.6
Etanol	CH_3CH_2OH	0.790	78.3	-114	24.3
Éter dietílico	$(CH_5CH_2)O$	0.714	34.5	-116	4.3
Etilenglicol	$C_2H_4(OH)_2$	1.114	197.3	-12.7	--
Hexametilfosforamida	$[(CH_3)_6N]_3PO$	1.030	233	7.2	30
n-hexano	$CH_3\ (CH_2)_4\ CH_3$	0.606	69	-95	1.9

Nombre	Formula	d a (g/cm3)	Tb b(°C)	Tf b(°C)	⊠⊠c
Metanol	CH_3OH	0.792	64.5	-97.5	32.6
Mesitileno	$C_6 H_3 (CH_3)_3$	0.862	164.7	-44.7	2.3
Nitrobenceno	$C_6H_5 NO_2$	1.204	211	5.8	35
Nitrometano	$CH_3 NO_2$	1.139	101	-28.5	38.6
n-pentano	$CH_3 (CH_2)_3 CH_3$	0.626	36.1	-130	1.8
Piridina	$C_5 H_5 N$	0.981	115.2	-42	12.3
i- propanol	$(CH_3)_2 CH\text{-}OH$	0.781	82.4	-87.9	18.3
Tetracloruro de carbono	CCl_4	1.593	76.5	-23	2.2
Tetrahidrofurano	$-(CH_2)_4 O-$	0.88325	65	-108.5	7.3
Tolueno	$C_6H_5\text{-}CH_3$	0.867	110.6	-95	2.4

* Datos tomados de:

David R. Lide (editor), "Handbook of chemistry and physics", 85ava Edic., CRC Press, 2004.

[a] la densidad es a 20 °C a menos que se indique otra cosa.

[b] los puntos de ebullición y los puntos de fusión son a 760 torr (1 atm)

[c] las constantes dieléctricas son a 20 °C a menos que se indique otra cosa.

Apéndice

G

TABLA PERIÓDICA DE LOS ELEMENTOS

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
IA	IIA											IIIA	IVA	VA	VIA	VIIA	VIIIA
1 H 1.007																	Gases nobles 2 He 4.00
Metales Ligeros													No metales				
2 Li 6.94	4 B 9.01					Metales de transición						5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 15.99	9 F 18.99	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	IIIB	IVB	VB	VIB	VIIB	VIIIB			IB	IIB	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.98	16 S 32.05	17 Cl 6.94	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.90	23 V 50.94	24 Cr 51.99	25 Mn 54.93	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.71	29 Cu 6.94	30 Zn 65.37	31 Ga 69.72	32 Ge 72.79	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 22.99	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.65	39 Y 88.90	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.94	43 Tc (99)	44 Ru 101.07	45 Rh 102.90	46 Pd 106.4	47 Ag 22.99	48 Cd 112.40	49 In 114.82	50 Sn 118.69	51 Sb 121.75	52 Te 127.60	53 I 6.94	54 Xe 131.30
55 Cs 132.90	56 Ba 137.34	*	72 Hf 178.49	73 Ta 180.94	74 W 183.85	75 Re 186.21	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.09	79 Au 6.94	80 Hg 200.59	81 Tl 204.37	82 Pb 207.19	83 Bi 208.96	84 Po (209)	85 At 22.99	86 Rn (222)
87 Fr 223	88 Ra (226)	**	104 Rf (261)	105 Db (262)	106 Sg (266)	107 Bh (264)	108 Hs (269)	109 Mt (268)	110 Ds (281)	111 Rg (272)	112 Cn	113	114 Fl	115	116 Lv	117	118

Metales de transición interna

*Lantánidos	57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm (145)	62 Sm 150.3	63 Eu 152	64 Gd 157.2	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.2	69 Tm 168.9	70 Yb 173	71 Lu 175
**Actínidos	89 Ac (227)	90 Th 232	91 Pa 231	92 U 238	93 Np 237	94 Pu (244)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (251)	99 Es 22.99	100 Fm (252)	101 Md 22.99	102 No (259)	103 Lr (262)

Versión actualizada a 1 de junio de 2012, véase http://www.iupac.org/fileadmin/user_upload/news/IUPAC_Periodic_Table-1Jun12.pdf (consultada el 27/05/2013)

Química de Coordinación
(Manual de prácticas)

En este manual se compilan 15 prácticas diseñadas para cubrir la parte experimental del curso de Química de Coordinación de la licenciatura en Química. Estas prácticas fueron planeadas para ilustrar y ampliar algunos de los conceptos citados en las clases de teoría y conducir al alumno hacia el conocimiento y la habilidad en la síntesis y caracterización de compuestos inorgánicos que tienen cierto grado de complejidad. Por la importancia del tema y los tiempos de reacción, algunos experimentos se dividieron en dos sesiones. Se consideró, ante todo, que cada uno fuera representativo del tema a tratar, así como hacer énfasis en el uso de técnicas analíticas para la caracterización de los compuestos sintetizados en el laboratorio.

colección: manuales de ciencias biológicas, químicas y de la salud