

**Manual de laboratorio  
de química inorgánica II  
a micro escala**



# Manual de laboratorio de química inorgánica II a micro escala

Guillermo Garzón García  
Rosemary Ochoa Bejarano



2018

Garzón García, Guillermo

Manual de laboratorio de química inorgánica II a micro  
escala / Guillermo Garzón García, Rosemary Ochoa Bejarano. --  
Edición Edward Javier Ordóñez. -- Cali : Universidad Santiago de  
Cali, 2018.

158 páginas : fotos ; 24 cm.

Incluye índice de contenido

1. Química inorgánica - Manuales de laboratorio 2. Química inorgánica - Medidas de seguridad 3. Química  
inorgánica - Preguntas y respuestas I. Ochoa Bejarano, Rosemary, autora

II. Ordóñez, Edward Javier, editor III. Tit.

546 cd 21 ed.

A1596538

CEP-Banco de la República-Biblioteca Luis Ángel Arango



## EDITORIAL

Manual de laboratorio de química inorgánica II a micro escala

© Universidad Santiago de Cali

© Guillermo Garzón García, Rosemary Ochoa Bejarano (q.e.p.d.)

1ª Edición 200 ejemplares

Cali, Colombia - 2018

ISBN: 978-958-8920-94-8

ISBN(Libro digital): 978-958-8920-95-5

### **Cuerpo Directivo**

Juan Portocarrero

*Presidente Consejo Superior*

Juliana Sinisterra Quintero

*Vicepresidenta Consejo Superior*

Carlos Andrés Pérez Galindo

*Rector*

Jorge Antonio Silva Leal

*Vicerrector Académico*

Zonia Jazmín Velazco Ramírez

*Vicerrectora Administrativa y Directora Financiera*

Lorena Galindo Ordóñez

*Secretaria General*

Jesús David Perdomo Jacanamejoy

*Director Seccional Palmira*

Rosa del Pilar Cogua Romero

*Directora General de Investigaciones*

Jorge Eliécer Olaya Garcerá

*Director General de Extensión y Proyección Social*

Óscar Albeiro Gallego Gómez

*Director de Bienestar Universitario*

Giovanny Upegui Duarte

*Director General de Planeación y Desarrollo*

Juan Carlos Córdoba Arturo

*Director Departamento Jurídico y Gestión Humana*

Edwin Flórez López

*Decano Facultad de Ciencias Básicas*

### **Comité Editorial**

Jorge Antonio Silva Leal

Rosa del Pilar Cogua Romero

Diego Fernando Tarapués Sandino

Yeny Mabel Lara Parra

Edwin Flórez López

María Fernanda Díaz Velásquez

Sandra Yanina López Duque

Deyby Sebastian Salas Tosne

William Salazar Rios

Edward Javier Ordóñez

### **Editor en Jefe**

Edward Javier Ordóñez

### **Diagramación e Impresión**

Samava Ediciones E.U.

Tel: (2) 8235737 - contacto@samava.com.co

Popayán, Colombia

### **Sugerencias y Comentarios a los autores**

ggarzon@usc.edu.co, guillermogarzar@gmail.com

---

La responsabilidad de los textos contenidos en esta publicación es exclusiva de(l) (os) autor(es).

Prohibida la reproducción total o parcial, por cualquier medio fotográfico o digital,  
incluyendo las lecturas universitarias, sin previa autorización de(l) (os) autor(es).

## Tabla de contenido

Introducción	11
Normas generales para el trabajo en el laboratorio	15
Sustancias químicas peligrosas	19
Tratamiento de residuos en el laboratorio	21
Guía para la elaboración de un informe de laboratorio	23
Técnicas usadas en la caracterización de compuestos de coordinación	33
Prácticas de química inorgánica	41
Práctica 1: estabilidad en compuestos de coordinación	43
Práctica 2: estudio comparativo de los estados de oxidación +1 y +2 del cobre y la plata	49
Práctica 3: síntesis de trioxalato cromato (III) de potasio trihidratado	57
Práctica 4: preparación de cloruro de cis y trans diclorobis (etilendiamina) cobalto (III)	63
Práctica 5: separación de un isómero óptico de cloruro de cis-diclorobis (etilendiamina) cobalto (III)	69
Práctica 6: síntesis y caracterización de los compuestos nitrate de tetraaminocarbonatocobalto (III) y cloruro de cloropentaminocobalto (III)	75
Práctica 7: síntesis de nitrate de pentaaminonitratocobalto (II)	83

Práctica 8: síntesis y caracterización de los isómeros de enlace cloruro de pentaaminonitrocobalto (III) y cloruro de pentaaminonitritocobalto (III)	89
Práctica 9: síntesis de acetato de cobre (II) monohidratado	97
Práctica 10: preparación y caracterización de complejos cis y trans glicinato de cobre (II)	103
Práctica 11: síntesis de metal acetilacetonatos, síntesis de tris (acetilacetonato) cromo (III), tris (acetilacetonato) manganeso (III) y tris (acetilacetonato) cobalto (III)	109
Práctica 12: preparación de bis-(acetilacetonato) cobre (II)	117
Práctica 13: síntesis de diclorobis-(dimetilsulfóxido) cobre (II)	123
Práctica 14: determinación de $\Delta o$ en complejos de cromo (III)	129
Práctica 15: características de la trifenilfosfina y sus complejos con cobalto y níquel	137
Práctica 16: evaluación del acercamiento a la química verde de la síntesis del complejo diclorobis(dimetilsulfóxido) cobre (II) empleando la métrica estrella verde	143
Acerca de los autores	155

## Índice de tablas

Tabla 1. Valores de vibración de algunos grupos funcionales en química inorgánica	34
Tabla 2. Desplazamientos químicos de grupos funcionales orgánicos para $^1\text{H}$	37
Tabla 3. Estados de oxidación y momentos magnéticos para complejos octaédricos	39
Tabla 4. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	45
Tabla 5. Observaciones de la interacción de aniones formiato y oxalato con los cationes $\text{Co}^{2+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ y $\text{Zn}^{2+}$	46
Tabla 6. Principales estados de oxidación y estereoquímica del cobre	50
Tabla 7. Estados de oxidación y estereoquímica de la plata	51
Tabla 8. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	52
Tabla 9. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	59
Tabla 10. Relación de Materiales, equipos y reactivos requeridos	65
Tabla 11. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	71
Tabla 12. Conductividades molares de acuerdo al número de iones	78
Tabla 13. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	78
Tabla 14. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	84
Tabla 15. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	91

Tabla 16. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	99
Tabla 17. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	105
Tabla 18. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	112
Tabla 19. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	120
Tabla 20. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	126
Tabla 21. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	132
Tabla 22. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos	139
Tabla 23. Los riesgos para la salud humana y el medio ambiente de las sustancias implicadas teniendo en cuenta los símbolos de las frases de riesgo	145
Tabla 24. Riesgos de accidentes de las sustancias implicadas teniendo en cuenta los símbolos de las frases de riesgo	145
Tabla 25. Características de degradables y renovables de las sustancias involucradas	146
Tabla 26. Puntuación para los riesgos de la salud, ambiente y seguridad de todos los reactivos involucrados en la reacción de síntesis	148
Tabla 27. Análisis del grado de verdor de las actividades del experimento	148
Tabla 28. Valores asignados a cada principio de la Figura 18	151
Tabla 29. Valores asignados a cada principio de la Figura 19	152



## Índice de figuras

Figura 1. Diagrama de Orgel para el ion $d^1$	35
Figura 2. Diagrama de Tanabe-Sugano para las transiciones del ion $d^2$	36
Figura 3. Aparato de tubo de ensayo con desprendimiento lateral	66
Figura 4. Isómeros ópticos de $\text{cis}[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]^+$	70
Figura 5. Estructuras del ion Nitrito	90
Figura 6. Ligandos Nitro y Nitrito	90
Figura 7. Estructura de complejos preparados	90
Figura 8. Estructura de tetraquis(acetato)-dirodio (II)	98
Figura 9. Formación del anión $\text{acac}^-$ a partir de $\text{acacH}$	110
Figura 10. Estructura de $\text{Cr}(\text{acac})_3$	111
Figura 11. Ion acetilacetato	118
Figura 12. Diagrama de niveles de energía de los orbitales moleculares para un complejo octaédrico	118
Figura 13. Complejo acetilacetato de cobre (II)	119
Figura 14. Espectros infrarrojos de acetona y cloruro de acetilo	124
Figura 15. Resonancia de la estructura química general de un cloruro de acilo	125

Figura 16. Desdoblamiento de los cinco orbitales d en los conjuntos $t_{2g}$ y $e_g$	130
Figura 17. Diagrama Tanabe-Sugano para el ion $d^3$	131
Figura 18. EV de la síntesis Cu-DMSO	151
Figura 19. EV de la síntesis Cu-DMSO modificada	151

## Introducción

La historia de la química inorgánica es tan antigua como la historia de la humanidad. Las edades del progreso humano se nombran en términos de la química inorgánica: la Edad de Piedra, la Edad de Bronce, la Edad de Hierro y la Edad o Era Atómica. A comienzos del siglo XX Werner desarrolló la teoría de valencia primaria y valencia secundaria que condujo a la teoría moderna de la química de coordinación que emplea los conceptos de número de oxidación y número de coordinación respectivamente, aplicados a los metales de transición que los caracteriza por tener electrones de valencia **d**.

Estos metales del bloque **d** de la tabla periódica juegan un papel importante en sistemas biológicos como agentes activos en el transporte de oxígeno y energía, así como también en la regulación de las células. A través de la síntesis de nuevos compuestos de coordinación se han encontrado múltiples aplicaciones en el tratamiento de enfermedades modernas como cáncer, artritis, sida, Parkinson, Alzheimer, entre otras. Estos descubrimientos han fortalecido el área de la bioinorgánica con aplicaciones aprovechadas por la industria farmacéutica. También surgió en la segunda mitad del siglo pasado la química organometálica, que hoy en día es una de las áreas de más rápido crecimiento de la química actual, por sus múltiples investigaciones y resultados con aplicaciones industriales, dando origen a varios premios Nóbel en Química en los últimos 25 años. Todos estos desarrollos se facilitaron con el conocimiento de las teorías del enlace en los complejos de coordinación, tales como la teoría de campo ligando y la teoría orbital molecular, complementadas con el uso de poderosos métodos espectroscópicos para caracterizar los compuestos sintetizados.

La microescala, es un concepto que nació y se ha desarrollado en el seno de la disciplina de la química, por lo que también se le conoce como química a pequeña escala. Como su nombre lo indica, es reducir a la mínima expresión posible la escala de los componentes con los que se realiza una experimentación exitosa. Entre sus ventajas se pueden encontrar: la reducción en la cantidad de residuos químicos que son arrojados al medio ambiente tras los experimentos, contribuyendo así a un medio ambiente menos contaminado, disminución de costos en el uso de reactivos, menor exposición a productos químicos tóxicos y reducción de la duración del tiempo de los experimentos.

En la actualidad, el desarrollo industrial y tecnológico busca acoplar su progreso con la reducción o eliminación de sustancias peligrosas en el diseño, manufactura y aplicación de productos químicos, llevando esto a un nuevo concepto llamado *Química Verde* o desarrollo sostenible.

Por consiguiente, la necesidad de integrarse a una nueva “exigencia ambiental”, hace necesario llevar las prácticas de laboratorio de química inorgánica de una escala macro a una micro, buscando así fomentar la eliminación de la contaminación, preservando el medio ambiente al reducir del 75 al 99% la generación de desechos químicos, bajando el costo asociado de su tratamiento. Evidentemente, la mejor manera de tratar el residuo peligroso, es evitar producirlo (principio de la *Química Verde*), ofreciendo mayor compatibilidad ambiental, disminuyendo los riesgos a la salud originados por exposición a compuestos peligrosos y, sobretodo, mejorando la calidad del aire en los laboratorios, ya que se puede eliminar casi la totalidad de vapores de solventes.

Entre las razones didácticas para usar la microescala están:

- Mejoran la habilidad y cuidado para manejar sustancias químicas.
- La atención tiende a concentrarse más y el pensamiento a ser más analítico.
- Se puede ahorrar un tiempo considerable porque la velocidad de reacción crece con la relación área/volumen al mejorar la transferencia de masa.
- Los factores anteriores producen un aumento en la autoconfianza y satisfacción del alumno.

Una desventaja de la técnica en microescala es la necesidad de usar reactivos más puros, tener máxima limpieza del material de vidrio y la limitación de no poder usar grasa para unir juntas esmeriladas.

Se han diseñado experimentos de química de coordinación de los metales de transición, más amigables con el medio ambiente, disminuyendo el consumo de reactivos y solventes sin desmejorar el desarrollo de habilidades experimentales en el estudiante. Esta guía de trabajo experimental se ha preparado para que el estudiante comprenda, interprete y refuerce la parte teórica vista en clase.

El uso de las técnicas de laboratorio a nivel de microescala contribuye en gran manera a lo que se conoce hoy como *Química Verde*. Se incluyen en este Manual algunas recomendaciones para la manipulación de sustancias químicas peligrosas y métodos para la eliminación de residuos químicos.

Se desarrolla al final del Manual (práctica 16) una metodología para evaluar el grado de verdor de una reacción química empleando la métrica de la Química Verde conocida como Estrella Verde.

Se espera que el estudiante que tome este curso de Laboratorio de Química Inorgánica II, empleando este manual en su totalidad a nivel de microescala y al final muestra un modelo para evaluar el acercamiento verde de un experimento de síntesis inorgánica, se sienta motivado para conocer y entender ese mundo maravilloso de la química denominado Química de Coordinación.



## **Normas generales para el trabajo en el laboratorio**

Es primordial adquirir un actitud responsable con el medio ambiente como también hacia los hábitos de trabajo en el laboratorio en los que predomine la seguridad tanto personal como colectiva, y tener conciencia en el manejo adecuado de cada uno de los materiales de vidrio, reactivos, solventes e instrumentos, por lo que son importantes el orden y la limpieza del puesto de trabajo, equipos e instalaciones.

Durante el desarrollo de las prácticas en el laboratorio se deben seguir sin excepción las normas que se describen a continuación.

### **Normas Generales**

- En el laboratorio es indispensable el uso de la bata adecuada, abrochada, el uso de guantes y las gafas de seguridad. Está totalmente prohibido trabajar en el laboratorio con lentes de contacto. La emanación de vapores o las salpicaduras de productos pueden provocar daños mayores si se llevan lentes de contacto, ya que éstos se pueden deshacer y quedarse incrustados en los ojos.
- Antes de realizar cualquier práctica es necesario consultar las fichas de seguridad y leer cuidadosamente las frases de riesgo y seguridad de los reactivos a manipular.
- Los objetos personales serán guardados y dispuestos en un sitio donde no interfieran o dificulten la movilidad.

- No fume, ni coma o beba en el laboratorio.
- Si tiene el cabello largo, llevarlo siempre recogido.
- Utilice calzado que cubra totalmente los pies.
- Si posee accesorios como anillos, pulseras y reloj, retíreselos por seguridad.
- Disponga en la mesa solo su cuaderno de laboratorio.
- En caso de un incidente, accidente, quemadura o lesión, comuníquelo inmediatamente al docente.
- No trabaje con prisa o sin haber realizado el análisis previo de la práctica.
- Verifique el funcionamiento de la ducha de emergencia antes de ingresar al laboratorio, así como también localice los extintores y el botiquín.
- Únicamente se realizarán las prácticas y los ensayos indicados por el docente. Si tiene alguna duda o sugerencia con el procedimiento experimental, consúltela con su docente.

## **Normas para manipular instrumentos y reactivos**

- No pruebe ni ingiera los productos.
- Nunca pipetee directamente, ni con la boca, los reactivos. Utilice la pera de goma o la jeringa.
- Las disoluciones, una vez preparadas, deben ser rotuladas correctamente para evitar equivocaciones en el desarrollo de la práctica.
- El uso de la campana extractora de gases es obligatorio para todas las disoluciones o productos que desprendan gases, así como también, al hacer reacciones que puedan proyectar contenido.
- Lo residuos generados deberán ser tratados al final de cada práctica como se menciona en cada una de las prácticas y se tienen que almacenar en los lugares dispuestos con la finalidad de facilitar su posible tratamiento y/o reciclaje.
- Jamás arroje productos o residuos sólidos por los sifones de las instalaciones; hágalo en el recipiente indicado.



- El material de vidrio y los instrumentos utilizados deben dejarse limpios y deberán ser entregados en perfecto estado.
- Debe evitarse el tránsito continuo por el laboratorio con recipientes que contengan productos químicos con alto grado de peligrosidad.
- Los reactivos dispuestos en cada práctica son determinantes para el resultado final del experimento, y en muchos casos son utilizados a lo largo de todo el curso, por lo que se debe extremar la precaución para no alterar su composición ni contaminarlos cambiando la punta de la micropipeta o la pipeta usada y evitar así perjudicar a otros usuarios.
- Mantener las balanzas limpias. No colocar las sustancias químicas directamente sobre los platillos de las balanzas, poner primero un pequeño recipiente perfectamente seco y limpio (vial o vidrio de reloj) o un papel de filtro. Nunca debe pesarse un objeto mientras esté caliente.
- El alumno no debe acercar la cara al extremo abierto de un tubo de ensayo cuando su contenido se está calentando o cuando se está realizando una reacción.
- No se debe aplicar la llama directa a un recipiente con material volátil o inflamable.
- No ponga en funcionamiento un montaje sin que el profesor haya revisado la instalación.
- No utilice ninguna herramienta o máquina sin conocer su uso, funcionamiento y normas de seguridad específicas.
- Si tiene que mezclar algún ácido (por ejemplo, ácido sulfúrico) con agua, añada el ácido sobre el agua, nunca al contrario, pues el ácido reaccionaría exotérmicamente y podría provocar quemaduras en la cara y los ojos.
- No deje destapados los frascos ni aspire su contenido. Muchas sustancias líquidas (alcohol, éter, cloroformo, amoníaco y otras) emiten vapores tóxicos.
- Los ácidos y las bases fuertes han de manejarse con mucha precaución, ya que la mayoría son corrosivos y, si caen sobre la piel o la ropa, pueden producir heridas y quemaduras importantes.



## **Sustancias químicas peligrosas**

Es obvio indicar que muchas sustancias y preparados que se emplean en los laboratorios, son, por una u otra razón, peligrosas. Por ello, es necesario que el usuario de los mismos sea conocedor de sus características, sus propiedades y de la posible peligrosidad de cada producto a manipular. Es recomendable que al manipular cualquier producto químico, sin importar si requiere o no indicación de peligrosidad, se tomen las debidas precauciones.

Para el manejo de sustancias químicas se requiere:

- Uso permanente de gafas de seguridad
- Uso de guantes
- En lo posible, manipular bajo cámara extractora de gases

Es importante identificar y controlar en el laboratorio la presencia de llamas abiertas u otras posibles fuentes de ignición.

## Descripción de pictogramas de peligrosidad



**Explosivos:** Sustancias y preparados que puedan explosionar bajo el efecto de una llama o que son más sensibles a los choques o a la fricción que el dinitrobenzeno.



**Comburentes:** Sustancias y preparados que en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.



**Extremadamente Inflamables:** Sustancias y preparados líquidos cuyo punto de destello sea inferior a 0°C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C.



**Muy Tóxicos:** Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos extremadamente graves, agudos o crónicos e incluso pueden llevar a la muerte.



**Tóxicos:** Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión, o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos e incluso la muerte.



**Corrosivos:** Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.



**Nocivos:** Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada.



**Irritantes:** Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.



**Peligrosos para el medio ambiente:** Sustancias y preparados cuya utilización presenta o puede presentar riesgos inmediatos o diferidos para el medio ambiente.

## **Tratamiento de residuos en el laboratorio**

A continuación se hace una serie de recomendaciones generales aplicables al tratamiento de residuos en el laboratorio:

- Deben considerarse las disposiciones legales vigentes, tanto a nivel general, como local.
- Consultar las instrucciones al objeto de elegir el procedimiento más adecuado.
- Informarse de las indicaciones de peligro y condiciones de manejo de las sustancias.
- No se deben tirar al recipiente de basuras habitual (papeleras, etc.), trapos, papeles de filtro u otras materias impregnables o impregnadas.
- Previamente a ser arrojadas a la basura se debe efectuar una neutralización o destrucción de los mismos.
- Deben retirarse los productos inflamables.
- Debe evitarse guardar botellas destapadas.
- Deben recuperarse, en lo posible, los metales pesados.
- Se deben neutralizar las sustancias antes de verterlas por los desagües y al efectuarlo, hacerlo con abundante agua.

Cuando se produzcan derrames debe actuarse con celeridad pero sin precipitación, evacuar al personal innecesario, evitar contaminaciones en la indumentaria y en otras zonas del laboratorio y utilizar la información disponible sobre residuos.



# **Guía para la elaboración de un informe de laboratorio**

Los informes de laboratorio deberán tener la estructura usual de un artículo científico. A continuación se presenta una guía de cómo presentar un informe de laboratorio de acuerdo a un modelo propuesto por el Programa de Química de la Universidad Santiago de Cali, que sigue los lineamientos de un artículo científico de investigación, escrito a dos columnas (Castro, 2016).

## **Título del informe**

Juan Alberto Pérez\*; Javier Rodrigo González; Miguel Ramos Castro.

Facultad de Ciencias Básicas, Programa de Química, Universidad Santiago de Cali

\* correo electrónico autor principal

El título debe ser claro, fácil de entender, conciso, de no más de 15 palabras, contener las palabras claves o descriptores del estudio, usar un lenguaje sencillo, términos claros y directos. No debe ser partido, es decir, no separar en frases ni utilizar abreviaturas ni contener sobreexplicaciones.

En los autores se destaca si es autoría múltiple o individual, justificada, responsable; los nombres deben ser completos y sin iniciales. Es necesario poner al margen instituciones de trabajo, sin incluir grados académicos o posiciones jerárquicas, además de la dirección postal o electrónica del investigador encargado de la correspondencia.

## Resumen

Se presenta la forma de redactar correctamente un artículo científico como reporte de una investigación; contempla cada una de las etapas que debe contener para su aprobación. Se sugiere la forma de redactar desde el título hasta la bibliografía, en un lenguaje comprensible y científico. Enfatiza en cómo se deben presentar los resultados obtenidos para su mejor comprensión por parte de la comunidad científica; con esta guía se logra uniformidad a la hora de hacer los informes científicos.

**Palabras claves:** Artículo científico, producción, investigación.

## Abstract

This article introduces ways of writing correctly an article as a research report. It includes every step that has to be taken into account for its approval. The authors provide suggestions of the report writing going from the title to the references, both, in a comprehensive and scientific language. It emphasizes on how the results must be presented for a better understanding of the scientific community.

**Keywords:** Scientific article, production, research

El resumen va en español y en inglés y en él se debe colocar qué se hizo (objetivo de estudio), cómo se hizo (los métodos utilizados de manera general) y qué se obtuvo (conclusiones de resultados con datos), de manera concisa y clara. Con una extensión no mayor a diez líneas, equivalente a máximo 250 palabras. Se sugiere que los resultados sean con valores numéricos, ya sea en números, porcentajes, tasas o proporciones; no usar abreviaturas, ni siglas. El texto no debe incluir tablas, gráficos ni figuras. En resumen, debe ser autoexplicativo. Las palabras clave no deben exceder a cinco y estarán relacionadas con el método y los objetos de estudio.



## **Introducción**

El objetivo del presente artículo es guiar a quienes se inician en la escritura científica, paso a paso en sus etapas, destacando los aspectos más relevantes.

La etapa final de una investigación es comunicar los resultados, de manera que éstos permitan integrar los conocimientos a la práctica profesional, es decir, se basa en los hallazgos de estudios científicos que deben tener validez, importancia, novedad y utilidad para el quehacer profesional. En relación a las publicaciones científicas, existe una serie de mitos: se cree, por ejemplo, que si una revista es de prestigio, publicar en ella es signo de validez o que si el autor ha publicado con anterioridad un muy buen trabajo, ello es garantía futura de validez científica o que está libre de prejuicios y de sesgos.

Esto no es tan cierto, en el trabajo investigativo y en sus resultados pesan muchos otros elementos que se presentan en este artículo.

Esta etapa final es similar a la etapa inicial en el grado de dificultad que involucra. Para interpretar y comunicar los resultados de un estudio se requiere experiencia, conocimiento de la estadística y capacidad de análisis para realizar los comentarios pertinentes relacionándolo con otros hallazgos de investigaciones similares, incluyendo creatividad del autor o autores, compenetración intelectual, razonamiento lógico y sensibilidad frente a las interpretaciones que se pueden dar.

La introducción debe responder a la pregunta de ¿por qué se ha hecho este trabajo? Describe el interés que tiene en el contexto científico del momento, los trabajos previos que se han hecho sobre el tema y qué aspectos no quedan claros. Con la abundancia de trabajos de revisión existentes actualmente, la Introducción no necesariamente debe ser muy extensa y puede beneficiarse de lo expuesto en la revisión más reciente sobre el tema. Es conveniente que el último párrafo de la Introducción se utilice para resumir el objetivo del estudio.

## **Metodología**

En esta sección se responde a la pregunta de ¿cómo se ha hecho el estudio? La sección de material y métodos se organiza en cinco áreas (no necesariamente separadas):

- Se describe el diseño del experimento (aleatorio, controlado, casos y controles, ensayo clínico, prospectivo, etc.).
- La población sobre la que se ha hecho el estudio. Describe el marco de la muestra y cómo se ha hecho su selección.
- Indique dónde se ha hecho el estudio.
- Describa las técnicas, tratamientos (utilizar nombres genéricos siempre), mediciones y unidades, pruebas piloto, aparatos y tecnología, etc. Señale los métodos estadísticos utilizados y cómo se han analizado los datos.

La sección de material y métodos debe ser lo suficientemente detallada como para que otro autor pueda repetir el estudio y verificar los resultados de forma independiente, pero no implica repetir la guía.

## **Resultados y discusión**

Algunos artículos sugieren hacer dos sesiones (primero resultados y luego discusión) en lugar de una. Para este caso en donde se hace la presentación de los resultados y de la discusión, es indispensable ir haciendo la presentación de los resultados con su consecuente discusión.

Esta sección es el corazón del manuscrito, donde la mayoría de los lectores irán después de leer el resumen (a pesar de que los expertos recomiendan que, tras leer el título, lo primero que hay que leer es el de materiales y métodos); es la sección más compleja de elaborar y organizar. Algunas sugerencias pueden ayudar:

Comience la discusión con la respuesta a la pregunta de la Introducción, seguida inmediatamente con las pruebas expuestas en los resultados que la corroboran.

Escriba esta sección en presente (“estos datos indican que”), porque los hallazgos del trabajo se consideran ya evidencia científica.

Saque a la luz y comente claramente, en lugar de ocultarlos, los resultados anómalos, dándoles una explicación lo más coherente posible o simplemente diciendo que esto es lo que ha encontrado, aunque por el momento no se vea explicación. Si no lo hace el autor, a buen seguro lo hará el editor.

Especule y teorice con imaginación y lógica. Esto puede avivar el interés de los lectores.

Incluya las recomendaciones que crea oportunas, si es apropiado.

Y, por encima de todo, evite sacar más conclusiones de las que sus resultados permitan, por mucho que esas conclusiones sean menos espectaculares que las esperadas o deseadas.

Las tablas y gráficos deben ser simples, autoexplicativos y autosuficientes, incluyendo datos numéricos, y deben ser rotulados de manera consecutiva con números arábigos. Las tablas se rotulan arriba y las gráficas abajo.

Las tablas y los gráficos complementan el texto y ayudan a una comprensión rápida y exacta de los resultados, clarifican la información, ponen énfasis en los datos más significativos, establecen relaciones y resumen el material de los hallazgos.

Las tablas se utilizan cuando los datos tienen resultados exactos y con decimales con encabezamiento de filas y columnas; nunca deben presentarse cortadas. No es necesaria la fuente de la tabla ya que es producto del trabajo que se realizó. (Presente esta información en un anexo).

**Tabla 1. Porcentaje de humedad y contenido de calcio en las muestras analizadas**

<b>Muestra</b>	<b>Humedad (%)</b>	<b>Calcio (mg/ml)</b>
Detergente	12 ± 2	5,1 ± 0,1
Leche	5 ± 1	20,2 ± 0,5
Aceite	11 ± 1	NA

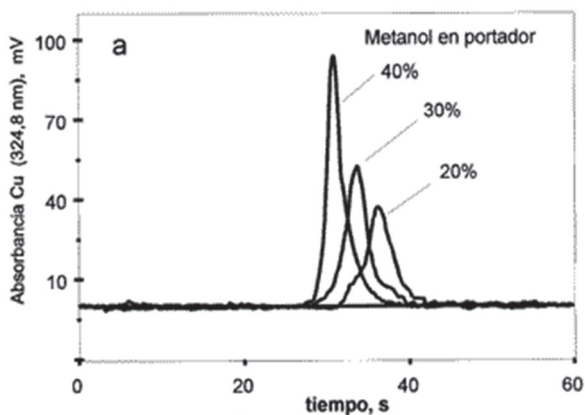
Las gráficas se usan cuando se quiere mostrar el comportamiento de una variable en un período de tiempo. Presentan con más claridad que una tabla, una tendencia.

Observe que en las gráficas los ejes están rotulados especificando las unidades correspondientes.

El rótulo de la gráfica presenta después de su título, las condiciones en las cuales se realizó el análisis.

La discusión de los resultados debe ser argumentativa, haciendo uso juicioso de la polémica y debate por parte del autor, para convencer al lector que los resultados tienen validez interna y externa. Esto contrasta con el estilo descriptivo y narrativo de la introducción, material y método y resultado.

**Figura 1. Influencia del metanol en el portamuestra para la determinación de cobre y cadmio. Muestra: 200 mL, EDTA 5 mM, pH 3.0, flujo 2 mL/min**



Se sugiere discutir en primera instancia los resultados propios y los más importantes, luego se comparan los resultados propios con los de otros estudios similares publicados, de acuerdo a la revisión bibliográfica; es factible incluir las implicaciones teóricas y prácticas, recomendando sobre posibles futuras investigaciones relativas al tema.

Debe reflejar que los procedimientos estadísticos utilizados fueron los correctos para el nivel de medición de los datos y que se analizan en relación con los objetivos de estudio.

Si éste tiene hipótesis, debe quedar claramente estipulado la aprobación o rechazo de ella.

El análisis estadístico debe considerar el nivel de medida para cada una de las variables: nominal, ordinal o intervalo.

Si la investigación contempló grupos de estudio y de control, éstos deben ser comparados, indicando con precisión la duración del estudio (seguimiento) para ambos.

Es conveniente dejar en claro las limitaciones que el estudio presentó y la forma como pueden afectar las conclusiones.

Resumiendo, una buena discusión no comenta todos los resultados, no los repite de capítulos anteriores, no confunde hechos u opiniones, no hace conjeturas.

Además, no generaliza, no infiere, ni extrapola en forma injustificada y no plantea comparaciones teóricas sin fundamento. Cuando se cite la Tabla, Gráfica o Figura en el texto, esto se hace en la misma página en que está cada una.

## **Conclusiones**

Las conclusiones deben ser presentadas claramente como respuesta al interrogante que originó el estudio y a los objetivos planteados, por lo tanto debe haber tantas conclusiones como objetivos.

No deben ser copia literal de los libros. Concluya sobre el método y sobre los contenidos de las muestras.

## Referencias

Fundamental es tener las referencias adecuadas; en este sentido los descriptores del título del artículo deben coincidir con los descriptores de las referencias los cuales pueden ser números o el apellido del autor inicial. Las referencias deben ser actualizadas y corresponden a un 50% de los últimos cinco años, el resto puede ser de no más de cinco años antes y por excepción se aceptan referencias de publicaciones “clásicas” de más años.

Para informes se requiere presentar no menos de cinco referencias, para un artículo científico deben presentarse no menos de 30 referencias, siendo por lo menos el 50% de éstas publicaciones de tipo primario.

Cada revista tiene exigencias particulares, según la norma que utilice: APA, Vancouver, Chicago, Icontec, pero en general las referencias deben incluir:

### Libros

AUTOR(ES) (apellido e inicial del nombre), título en cursiva, edición (4 ed), lugar de publicación, editorial (obvie la palabra editorial), año y páginas.

Eco, U. *Cómo se hace una tesis: técnicas y procedimientos de investigación, estudio y escritura*. Traducción de Lucía Baranda y Alberto Clavería Ibanez. 17 ed. Barcelona: Gedisa, 1995, pp 34-56.

Si solo es una página se coloca p 34. Si es todo el libro se coloca el número total de páginas del libro y una p al final.

### Partes de libros

AUTOR(ES). Título de la parte. En: AUTOR(ES). Título del libro en cursiva. Edición (4 ed.), lugar de publicación, editorial (obvie la palabra editorial), año y páginas.

Marsal Guillaumet, J. *Los censales a finales del siglo XX: la deuda perpetua de las cajas de ahorros*. En: POZO CARRASCOSA, P. *Contratación bancaria*. 2 ed, Madrid: Marcial Pons, 1998, pp 495-510.

## **Revistas**

AUTOR(ES), año en paréntesis, título, nombre de revista, volumen, número y páginas.

Bright. *Architectural Digest*, 42, 12, 126 -133.

*42 es el volumen; 12 es el número y 126-133 las páginas del artículo.*

## **Artículos de revistas electrónicas:**

AUTOR(ES). Título, Título de la Publicación [tipo de medio], volumen, numero (fecha), [fecha de consulta]. Disponible en: página web.

## **Referencia Bibliográfica**

Castro, S.P. (2016). *Modelo de presentación de informes de laboratorio*. Univesidad Santiago de Cali. Cali.





## Técnicas usadas en la caracterización de compuestos de coordinación

### Espectroscopía infrarroja

La espectroscopia infrarroja es la técnica instrumental más usada en cursos de laboratorio de química orgánica e inorgánica. La energía emitida en la región infrarroja es suficiente para cambiar el estado vibracional en los enlaces de las moléculas. Para que las moléculas absorban radiación infrarroja que produzca vibraciones en el enlace, debe ocurrir un cambio en el momento dipolar de la molécula cuando vibra (Nakamoto, 1986).

La frecuencia de las vibraciones de estiramiento se obtiene fácilmente usando la Ley de Hooke enunciada en la ecuación 1.

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad (1)$$

Donde  $\nu$  es la frecuencia de la vibración (en  $\text{cm}^{-1}$ ),  $\mu$  es la masa reducida de los átomos (en g) en el enlace,  $c$  es la velocidad de la luz ( $2.998 \times 10^{10} \text{ cm.s}^{-1}$ ), y  $k$  es la constante de fuerza del enlace (en  $\text{dinas.cm}^{-1}$ ). La masa reducida es obtenida mediante la ecuación 2

$$\mu = m_1 \times m_2 / (m_1 + m_2) \quad (2)$$

donde  $m_1$  y  $m_2$  son las masas individuales de los átomos en el enlace.

De la Ley de Hooke se puede ver fácilmente que cuando las masas de los átomos aumentan, la masa reducida también aumenta y la frecuencia vibracional disminuye.

Las frecuencias de vibración de la mayoría de los grupos funcionales se encuentran tabuladas y no necesitan ser calculadas. En la Tabla 1 se muestran los valores de algunos grupos funcionales propios de la química inorgánica.

## Espectroscopía electrónica

Dentro de la química inorgánica el campo de estudio más asociado con la espectroscopía UV-visible es la de los complejos de metales de transición coloreados. Se conoce muy bien el hecho que complejos de ciertos metales de transición en estados de oxidación particulares son de un color semejante. El color depende del metal y del número de electrones  $d$  que posee, lo cual está relacionado con sus estados de oxidación (Brisdon, 2004).

**Tabla 1. Valores de vibración de algunos grupos funcionales en química inorgánica**

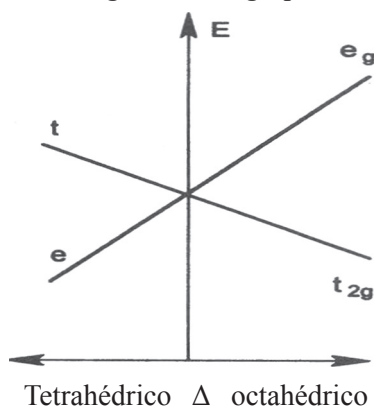
Grupo funcional	Tipo de vibración	Frecuencia en $\text{cm}^{-1}$
NH <sub>2</sub>	Estiramiento asimétrico	3400 - 3300
	Estiramiento simétrico	3300 - 3250
	Flexión	1650 - 1550
NHR	Estiramiento	3500 - 3200
OH	Estiramiento	3600 - 3200
CH(sp)	Estiramiento	3350 - 3250
CH(sp <sup>2</sup> )	Estiramiento	3100 - 3000
CH(sp <sup>3</sup> )	Estiramiento	2990 - 2850
	Flexión	1475 - 1350
BH	Estiramiento terminal	2650 - 2250
	Estiramiento puente	2200 - 1500
PH	Estiramiento	2450 - 2280
C=O	Estiramiento	1850 - 1650
P=O	Estiramiento	1300 - 1175
P-O	Estiramiento	1100 - 900
B-N	Estiramiento	1275 - 1175

Fuente: elaboración propia (2018).

Las energías asociadas con transiciones entre diferentes arreglos de los electrones de valencia **d** se encuentran dentro de la región ultravioleta (UV) y visible del espectro electromagnético. Por esta razón la espectroscopía electrónica se conoce usualmente como espectroscopía UV-visible y es en esencia el estudio de las transiciones involucradas en los reordenamientos de los electrones de valencia.

Las absorciones en la región visible usualmente involucran transiciones electrónicas entre niveles de energía de electrones **d** ó **f**. El ejemplo más simple de una transición **d – d** es para una especie con un solo electrón, como ocurre con  $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ . Los orbitales **d** en complejos octaédricos se dividen en dos grupos de energía,  $t_{2g}$  y  $e_g$ . Otras geometrías desdoblan los orbitales **d** de una manera diferente; por ejemplo, el tetraédrico es el inverso del octaédrico.

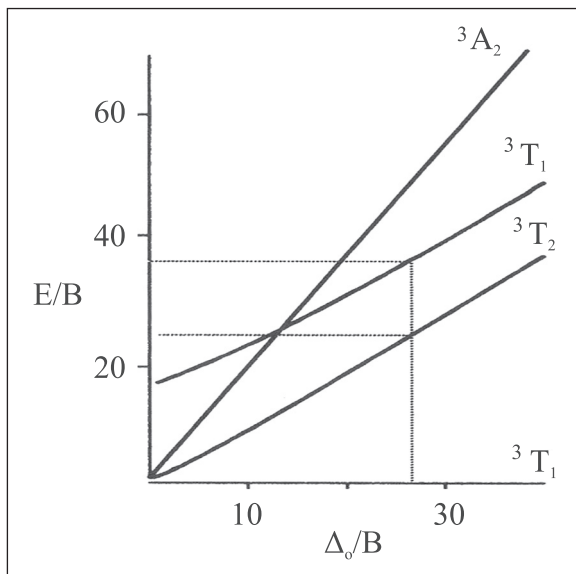
**Figura 1. Diagrama de Orgel para el ion  $d^1$**



Fuente: Brisdon (2004).

Existen dos tipos comunes de diagramas de energía para los diferentes estados electrónicos: el primero es el Diagrama de Orgel que muestra cómo cambian los niveles electrónicos como una función de  $\Delta$  como se muestra en la Figura 1 para el ion  $d^1$ . En esta Figura se observa que la única transición posible es  $t_{2g} \rightarrow e_g$ .

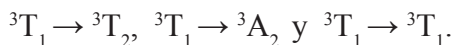
**Figura 2. Diagrama de Tanabe-Sugano para las transiciones del ion  $d^2$**



Fuente: Brisdon, 2004

El otro tipo de diagrama se conoce como Diagrama de Tanabe-Sugano, que consiste en un gráfico de energías de orbitales (con relación al estado fundamental) como una función del parámetro de Racah  $B$ , versus  $\Delta_0/B$ . La Figura 2 muestra una versión simplificada de dicho Diagrama para los estados electrónicos del ion  $d^2$ .

Dependiendo de la fuerza de desdoblamiento de campo cristalino del ligando, para el caso  $d^2$ , se observan tres transiciones permitidas:  ${}^3T_1 \rightarrow {}^3T_2$ ,  ${}^3T_1 \rightarrow {}^3T_1$  y  ${}^3T_1 \rightarrow {}^3A_2$  para un ligando de campo muy fuerte; para un ligando de campo muy débil las tres transiciones permitidas son:



Estos diagramas se pueden usar en los siguientes casos: a) para calcular el valor de  $\Delta_0$  luego de identificar la transición d-d; b) para definir las posiciones de la transiciones electrónicas.

## Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN)

La espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear (RMN) es diferente de las espectroscopías de infrarrojo y ultravioleta visible, en que es el núcleo atómico el que absorbe la energía. Las resonancias magnéticas nucleares se reportan en unidades de frecuencia hertz y ocurren a frecuencias por debajo de  $1.2 \times 10^9$  Hz. Los núcleos más investigados por RMN son aquellos que tienen el número cuántico de espín nuclear igual a  $\frac{1}{2}$ , tales como  $^1\text{H}$ ,  $^{11}\text{B}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{29}\text{Si}$ ,  $^{31}\text{P}$ ,  $^{57}\text{Fe}$ ,  $^{77}\text{Se}$ ,  $^{119}\text{Sn}$ ,  $^{195}\text{Pt}$  y  $^{207}\text{Pb}$  (Szafran, 1991).

En la Tabla 2 se muestran los valores de desplazamiento químico,  $\delta$ , de algunos grupos.

El valor del desplazamiento químico depende del ambiente químico que rodea al núcleo en estudio. Para un núcleo desprotegido de electrones el valor de  $\delta$  es alto y positivo (campo bajo); por el contrario, para un núcleo protegido por muchos electrones el valor de  $\delta$  es muy bajo, cercano a cero, y aún puede ser negativo como en el caso de los hidruros de los metales de transición, donde  $\delta$  puede alcanzar valores entre -10 y -50 ppm (campo muy alto).

*Tabla 2. Desplazamientos químicos de grupos funcionales orgánicos para  $^1\text{H}$*

Desplazamiento Químico (ppm)	Grupo	Ejemplo	Tipo de hidrógeno
1.0	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_3$	Metilo
1.4	$-\text{CH}_2-$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_3$	Metileno
1.6	$-\text{CH}-$	$(\text{CH}_3)_3\text{CH}$	Metino
2.0	$\text{CH}_3-\text{CO}-$	$\text{CH}_3\text{COCH}_3$	$\alpha$ Metilo a carbonilo
2.5	$-\text{CH}_2-\text{CO}$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_3$	$\alpha$ Metileno acarbonilo
	$-\text{CH}_2-\text{NR}_2$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$	$\alpha$ Metileno a amina
	$\phi-\text{CH}_2-$	$\phi-\text{CH}_2\text{CH}_3$	Bencilo
3.5	$-\text{CH}_2-\text{Cl}$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$	$\alpha$ Metileno a halógeno
	$-\text{CH}_2-\text{OR}$	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_3$	$\alpha$ Metileno a oxígeno
5.0-6.0	$-\text{HC}=\text{CR}_2$	$\text{H}_2\text{C}=\text{CHCH}_3$	Vinilo
7.0-8.0	$\phi-\text{H}$	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$	Fenilo o aromático
9.5	$-\text{CHO}$	$\text{CH}_3\text{CHO}$	Aldehído
10.0.12.0	$-\text{CO}_2\text{H}$	$\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$	Ácido

\*Todos los desplazamientos químicos son en partes por millón.

Fuente: Szafran (1991).

La información importante que se obtiene en un espectro RMN es:

- a. Número de señales
- b. Posición de las señales
- c. Intensidad de las señales
- d. Multiplicidad de las señales
- e. Separación entre los componentes de una señal múltiple (constante de acoplamiento J).

El análisis integral de esta información permite hacer propuestas de posibles estructuras de un compuesto en estudio.

## Susceptibilidad Magnética

Los metales de transición, por definición, tienen al menos un estado de oxidación con un subnivel **d** incompleto. Puesto que el espín de los electrones genera un campo magnético, las propiedades magnéticas de los metales de transición son de mucha importancia en la determinación del estado de oxidación, la configuración electrónica y otros parámetros. La mayoría de los compuestos orgánicos y compuestos de los elementos del grupo principal tienen todos sus electrones apareados. Tales moléculas son diamagnéticas y tienen momentos magnéticos muy pequeños (Szafran, 1991). Sin embargo, muchos compuestos de metales de transición, tienen uno o más electrones desapareados y son denominados paramagnéticos. El número de electrones desapareados en un ion metálico dado, determina el momento magnético,  $\mu_s$ , afectándolo debido a los espines y movimientos orbitales. La parte del espín es la más importante, y una buena aproximación del momento magnético se puede obtener usando la ecuación (3)

$$\mu_s = g \sqrt{S(S+1)} = 2 \sqrt{S(S+1)} \quad (3)$$

donde  $g$  es el radio giromagnético para un electrón (aproximadamente 2) y  $S$  es el espín total de los electrones desapareados (1/2 por cada uno).

Para un electrón desapareado como en  $Ti^{3+}$ ,  $\mu_s$  tiene un valor de 1.732. Las unidades del momento magnético son magnetones de Bohr (BM). Los momentos magnéticos reales son un poco más grandes que los valores obtenidos considerando solamente el espín debido a la contribución orbital.

El valor de  $\mu$  efectivo puede variar ligeramente de un compuesto a otro. La Tabla 3 presenta una lista de iones de metales de transición con el rango típico de los valores del momento magnético.

**Tabla 3. Estados de oxidación y momentos magnéticos para complejos octaédricos**

Ion Metálico	Configuraciones	Número de Electrones Desapareados	Momento Magnético (BM)
Ti <sup>3+</sup>	d <sup>1</sup>	1	1.7 - 1.8
Ti <sup>4+</sup>	d <sup>0</sup>	0	0
V <sup>3+</sup>	d <sup>2</sup>	2	2.7 - 2.9
V <sup>4+</sup>	d <sup>1</sup>	1	1.7 - 1.8
Cr <sup>2+</sup>	d <sup>4</sup>	4 (espín alto)	4.8 - 5.0
		2 (espín bajo)	3.0 - 3.3
Cr <sup>3+</sup>	d <sup>3</sup>	3	3.7 - 3.9
Mn <sup>2+</sup>	d <sup>5</sup>	5 (espín alto)	5.7 - 6.0
		1 (espín bajo)	2.0
Mn <sup>3+</sup>	d <sup>4</sup>	4 (espín alto)	4.8 - 5.0
		2 (espín bajo)	3.0 - 3.3
Co <sup>2+</sup>	d <sup>7</sup>	3 (espín alto)	4.3 - 5.2
		1 (espín bajo)	2.0 - 2.7
Co <sup>3+</sup>	d <sup>6</sup>	0 (espín bajo)	0
Cu <sup>+</sup>	d <sup>10</sup>	0	0
Cu <sup>2+</sup>	d <sup>9</sup>	1	1.8 - 2.1

Fuente: Szafran (1991).

## Referencias bibliograficas

- Brisdon, A.K. (2004). *Inorganic Spectroscopic Methods*. Oxford: Oxford University Press.
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.



# **Prácticas de química inorgánica**



# Práctica 1:

## Estabilidad en compuestos de coordinación

### Objetivos

- Comparar la interacción de los iones metálicos  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  y  $\text{Zn}^{2+}$  con los ligandos formiato y oxalato.
- Formar compuestos con fórmula  $[\text{M}(\text{formiato})_2]$  y  $[\text{M}(\text{oxalato})]$ ; M es metal.
- Comprobar la estabilidad relativa de complejos con ligandos monodentados y bidentados (efecto quelato).

### Introducción

Un compuesto de coordinación o complejo (Cotton, 2002; Miessler, 2014) se forma cuando una base de Lewis se enlaza a un centro metálico (átomo o ion) que es un ácido de Lewis. En un compuesto de coordinación, las bases de Lewis, moléculas o iones que poseen átomos con pares electrónicos libres (dadores), se denominan ligandos.

Según el número de enlaces que forme el ligando con el centro metálico, se clasifican en:

- Monodentados, si forman sólo un enlace M-L ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{O}^{2-}$ , piridina).
- Bidentados, si forman dos enlaces M-L (acetilacetato, etilendiamina, oxalato).
- Polidentados, si forman tres o más enlaces M-L (etilendiaminotetraacetato, EDTA).

Los ligandos bidentados y polidentados se unen al centro metálico formando un anillo por lo que se les denomina “quelatos” (del griego Kele que significa pinza) ya que se unen al metal como una pinza, lo que les aporta una estabilidad adicional.

Número de coordinación, es el número de átomos dadores unidos al centro metálico. Los más comunes son cuatro y seis. El conjunto de ligandos unidos por enlace covalente dativo al centro metálico forma lo que se denomina su esfera de coordinación. Los iones metálicos en disolución acuosa generalmente forman complejos del tipo  $[\text{M}(\text{H}_2\text{O})_6]^{n+}$ . Sin embargo, si el metal es enlazado por ligandos con carga, puede llegar a producir un compuesto de coordinación neutro que podría ser insoluble y, por lo tanto, podría precipitar.

La mayoría de los compuestos de coordinación están formados por los denominados metales de transición. La característica más importante es que los elementos o sus iones más comunes tienen incompleta la subcapa **d**. Esta característica les confiere propiedades especiales como son:

- Presentar diversos estados de oxidación, que dan lugar a compuestos generalmente coloreados.
- Capacidad para formar compuestos paramagnéticos (presencia de electrones desapareados).
- Marcada tendencia a formar compuestos de coordinación.

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía, desarrolle su diagrama de flujo y los cálculos necesarios antes de empezar a desarrollar la guía.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica; también anote los riesgos especiales asociados.
- Dibuje la estructura de los ligandos formiato y oxalato indicando los pares de electrones sin compartir.
- ¿Cómo se clasifican estos ligandos de acuerdo al número de átomos donadores?

## Material y reactivos

*Tabla 4. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Micropipeta 100 – 1000 <math>\mu</math>L</li> <li>✓ Beaker 5 mL</li> <li>✓ Beaker 10 mL</li> <li>✓ Pipeta graduada 5 mL</li> <li>✓ Gradilla</li> <li>✓ Seis tubos de ensayos o viales</li> <li>✓ Microespátula</li> <li>✓ Gotero</li> <li>✓ Plancha de agitación y calentamiento</li> <li>✓ Imán pequeño</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Nitrato de cobalto (II) 1M</li> <li>✓ Nitrato de cobre (II) 1M</li> <li>✓ Nitrato de zinc (II) 1M</li> <li>✓ Formiato de sodio 1M</li> <li>✓ Oxalato de potasio 1M</li> </ul>

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

Nota: Coordine con el docente la preparación de las soluciones, si se realizará por grupo o todo el curso con el fin de realizar los respectivos cálculos.

Formar dos series de tres tubos de ensayos o viales. Para ambas series realizar la siguiente disposición de las soluciones: a uno de los tubos añada 1 mL de disolución de  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  1M, a otro 1 mL de disolución de  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  1M y al restante 1 mL de disolución de  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  1M.

A una serie adicione 2 mL de disolución de formiato de sodio 1M. Anote sus observaciones en la Tabla 5.

Agregue 1 mL de disolución de oxalato de potasio 1M a los tubos de la otra serie. Registre lo que observe en la Tabla 5.

**Tabla 5. Observaciones de la interacción de aniones formiato y oxalato con los cationes  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  y  $\text{Zn}^{2+}$**

Ligando adicionado	Formiato		
Cationes	$\text{Co}^{2+}$	$\text{Cu}^{2+}$	$\text{Zn}^{2+}$
Color inicial			
Cambio observado al agregar el ligando			
Ligando adicionado	Oxalato		
Cationes	$\text{Co}^{2+}$	$\text{Cu}^{2+}$	$\text{Zn}^{2+}$
Color inicial			
Cambio observado al agregar el ligando			

Fuente: elaboración propia (2017).

## Preguntas

- Teniendo en cuenta las estructuras de los ligandos y que se añadió un volumen doble de formiato que de oxalato:
  - Nombre los productos en cada caso.
  - Dibuje las estructuras de los productos esperados en cada caso.
  - Escriba y explique todas las reacciones que se observaron en la práctica.

- b. Explique los resultados que se observaron al adicionar los ligandos ya fuera formiato u oxalato.
- c. ¿Qué características de los ligandos favorecen una mayor estabilidad en los complejos?
- d. Cómo se recuperaría en esta práctica los metales empleados en el estado sólido, cobalto, cobre y zinc.

### **Tratamiento de residuos**

Lleve todas las soluciones a un recipiente en común y homogenice los residuos, mida el pH de esta solución y neutralice de ser necesario; luego realice una filtración al vacío para recolectar el precipitado presente en los desechos; estos se llevan al recipiente de filtrados dispuesto por la Universidad Santiago de Cali en el cuarto de residuos. La solución neutralizada que queda se puede eliminar por el drenaje siempre y cuando no contenga más precipitado; de no ser así, filtre nuevamente o dispóngala en el recipiente de desechos inorgánicos.

## Referencias Bibliográficas

- Butler, I., & Marrod Jhon, F. (1989). *Inorganic Chemistry*. New York: The Benjamin Cummnigs Publishing Company, Inc.
- Cotton, F. & Wilkinson, G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Huheey, J. (1987). *Inorganic Chemistry*. New York: Harper and Row Publisher.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Shriver, D., & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.



## **Práctica 2:**

# **Estudio comparativo de los estados de oxidación +1 y +2 del cobre y la plata**

### **Objetivos**

- Sintetizar derivados con centros metálicos en estados de oxidación poco habituales.
- Conseguir, por formación de un compuesto insoluble o de una especie compleja, la estabilización de estados de oxidación bajos del cobre y la plata.
- Caracterizar los complejos obtenidos por espectroscopía IR.

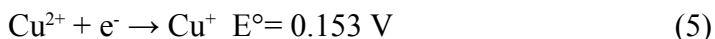
### **Introducción**

#### **Cobre**

El cobre tiene un solo electrón s por fuera de la capa completa de electrones d, pero no se le puede clasificar en el grupo 1 por tener muy poco en común con los metales alcalinos, excepto las estequiometrías en el estado de oxidación +1 (Cotton, 2002; Housecroft, 2012).

Los principales estados de oxidación y la estereoquímica del cobre se resumen en la Tabla 6.

Las estabilidades relativas de los estados cuproso (I) y cúprico (II) resultan de los valores de los potenciales que se muestran en las ecuaciones 4 y 5.



Estas estabilidades relativas dependen enormemente de la naturaleza de los aniones y de otros ligandos que pueden hallarse presentes, de la constante dieléctrica de la solución y de la naturaleza de otros átomos vecinos. Se conocen complejos cuprosos con ligandos que no dan enlaces  $\pi$ , con ligandos que dan enlaces  $p\pi$  y  $d\pi$ , con olefinas y acetilenos.

**Tabla 6. Principales estados de oxidación y estereoquímica del cobre**

Estados de oxidación	Estructura electrónica	Número de coordinación	Geometría	Ejemplos
<i>Cu(I)</i>	3d <sup>10</sup>	2	Lineal	[Cu(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sup>+</sup> [Cu(CN) <sub>2</sub> ] <sup>-</sup>
<i>Cu(II)</i>	3d <sup>9</sup>	4	Tetraédrica	[Cu(CN) <sub>4</sub> ] <sup>2-</sup> [Cu(Py) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>
		5	Bipirámide Triangular	[Cu(diPy) <sub>2</sub> ] <sup>+2</sup>
		6	Octaédrica	[Cu(EDTA)] <sup>2-</sup>

Fuente: Housecroft (2012).

## Plata

La plata posee al igual que el cobre, un solo electrón s exterior a la capa d completa (Cotton, 2002). Sin embargo, a pesar de la semejanza en las estructuras electrónicas y potenciales de ionización, existen pocas semejanzas entre las propiedades de estos dos elementos. En la Tabla 7 se indican los estados de oxidación y las estereoquímicas más comunes de la plata.

En el caso de la Ag (I), la estereoquímica depende marcadamente de la naturaleza del ligando y a pesar de que predomina el número de coordinación, existen ligandos que pueden dar lugar a la formación de complejos tetracoordinados.

**Tabla 7. Estados de oxidación y estereoquímica de la plata**

Estados de oxidación	Estructura electrónica	Número de coordinación	Geometría	Ejemplos
<i>Ag(I)</i>	4d <sup>10</sup>	2 4	Lineal Tetraédrica	[Ag(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sup>+</sup> [Ag(SCN) <sub>4</sub> ] <sup>3-</sup>
<i>Ag(II)</i>	4d <sup>9</sup>	4	Planar	[Ag(pi) <sub>4</sub> ] <sup>2+</sup>

Fuente: Housecroft, 2012.

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental, como también los cálculos necesarios para la preparación de soluciones.
- Investigue las fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular y anote sus precauciones al momento de manipularlos.
- Investigue por qué el cobre es visto como rojizo al igual que la tonalidad que presenta la plata.
- Explique brevemente cuáles son los requisitos para que un ligando estabilice números de oxidación bajos y estados de oxidación altos.
- Explique brevemente las reacciones que se llevan a cabo en los procesos de extracción de cobre conocidos como pirometalurgia e hidrometalurgia.
- Explique en qué consiste el efecto Jahn-Teller.

## Material y reactivos

**Tabla 8. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Beaker de 5 mL	✓ Hidróxido de sodio <sup>(s)</sup>
✓ Beaker de 10 mL	✓ Hidróxido de amonio <sup>(sol)</sup>
✓ 10 Tubos de ensayo	✓ Zinc metálico
✓ Plancha calentadora con agitación magnética	✓ Nitrato de plata <sup>(s)</sup>
✓ Barra de agitación magnética pequeña	✓ Peroxodisulfato de potasio <sup>(s)</sup>
✓ Frasco Lavador	✓ Cianuro de Potasio <sup>(s)</sup>
✓ Micropipeta 100 – 1000 µL	✓ Tiourea <sup>(s)</sup>
✓ Embudo Hirsch y Bomba de Vacío	✓ Cobre en polvo
✓ Papel de filtro	✓ HCl Concentrado <sup>(sol)</sup>
✓ Desecador	✓ Acetona <sup>(l)</sup>
	✓ Cloruro de cobre (II) <sup>(s)</sup>
	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
	✓ Piridina <sup>(l)</sup>
	✓ Hidróxido de potasio <sup>(s)</sup>
	✓ Dietil éter <sup>(l)</sup>

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Investigación cualitativa en tubos de ensayo

Realice los cálculos necesarios para preparar soluciones 0.1 M de sulfato de cobre (II) y de nitrato de plata (I). Tenga en cuenta que solo necesitará 0.5 mL de cada solución en el tubo de ensayo. Trasvase las porciones de cada solución preparada en dos series de cinco tubos de ensayo y proceda con cada tubo como se indica a continuación y anote sus observaciones.

*Nota: Tenga precaución con los vapores liberados, por lo tanto, use una campana de extracción de gases.*

A las soluciones preparadas y ya dispuestas en cada tubo proceda por separado:

1. Adicione entre 2 y 4 gotas de una solución de NaOH 0.1 M y caliente hasta ebullición.
2. Adicione gota a gota un exceso de solución de hidróxido de amonio.
3. Adicione gota a gota un exceso de cianuro de potasio 0.1 M.
4. Adicione un pedazo pequeño de zinc metálico.
5. Adicione unos pocos cristales de peroxodisulfato de potasio y caliente.

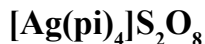
### **Preparación de cloruro de tris-(tiourea) cobre (I) $[\text{Cu}(\text{tu})_3]\text{Cl}$**

Disuelva 0.5 g de tiourea en 2.5 mL de agua caliente. Luego agregue 0.1 g de cobre en polvo y 0.5 mL de HCl concentrado. Caliente hasta que el cobre se haya disuelto y filtre luego la solución mientras permanece caliente. Deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente, filtre nuevamente para separar los cristales, pese el papel filtro previamente. Lave con unas pocas gotas de acetona. Deje secar los cristales y pese nuevamente el papel filtro y determine el rendimiento de la reacción.

### **Preparación de cloruro de bis-(piridina) cobre (II) $[\text{Cu}(\text{pi})_2]\text{Cl}_2$**

Disuelva 250 mg de cloruro de cobre (II) en 1.5 mL de etanol. Luego agregue cuidadosamente gota a gota 0.200 mL de piridina a la solución anterior. Pese el papel filtro para determinar el rendimiento, filtre al vacío y lave con unas gotas de dietil éter y etanol en porciones 1:1. Por último lleve el producto a una estufa a 40°C por tres minutos y luego al desecador hasta sequedad.

### **Preparación de peroxodisulfato de tetrapiridinplata (II)**



Prepare una solución de nitrato de plata 0.1M y de peroxodisulfato 0.37 M. Tenga en cuenta la cantidad que se utiliza por grupo de estudiantes, para que se preparen estas soluciones para todo el curso.

Tome 3 mL de la solución de nitrato de plata 0.1 M y llévelo a un beaker de 5 mL, luego adiciónese 0.600 mL de piridina gota a gota con agitación constante. Por último, a esta solución adiciónese lentamente 3 mL de peroxodisulfato 0.37 M.

Deje reposar la mezcla de la reacción durante diez minutos, filtre la solución, pesando previamente el papel filtro, separando el complejo insoluble, lávelo con una pequeña cantidad de agua y séquelo en un desecador.

## Preguntas

- Basándose en sus observaciones discuta, de acuerdo a las reacciones llevadas a cabo en la investigación cualitativa, la estabilidad de los complejos de cobre y plata con  $\text{NH}_3$  y  $\text{CN}^-$
- Dibuje y explique la estructura de cada uno de los complejos obtenidos.
- Escriba las reacciones involucradas en cada una de las preparaciones de los complejos.
- ¿Cuál es el color de cada uno de los complejos obtenidos? Explique el por qué del color obtenido.
- Registre un espectro infrarrojo de los complejos obtenidos y asigne las bandas más importantes. Compare los espectros de peroxodisulfato de tetrapiridinplata (II) y cloruro de bis-(piridina) cobre (II).
- Determine el punto de fusión de cualquiera de los complejos obtenidos y compárelo con la teoría.
- El complejo  $\text{Ag}(\text{pi})_2^+$  es incoloro, mientras que el  $\text{Ag}(\text{pi})_4^{2+}$  es coloreado. Explique por qué.
- ¿Por qué la estabilidad del ion  $\text{Ag}^{2+}$  aumenta por coordinación con piridina? ¿qué otros ligandos puede usar en lugar de piridina?
- Explique brevemente cómo se puede obtener electrolíticamente el peroxodisulfato de potasio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ). Discuta el uso del ion  $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$  como agente oxidante.
- ¿Cómo recuperaría en esta práctica los metales empleados, cobre y plata?

## **Tratamiento de residuos**

Lleve todas los desechos de la investigación cualitativa a un recipiente en común y homogenice los residuos, mida el pH de esta solución y neutralice de ser necesario, luego realice una filtración al vacío en caso de que haya presencia de material precipitado. El sobrenadante obtenido llévelo a su respectivo recipiente de soluciones acuosas inorgánicas.

Los residuos generados en la preparación de estos complejos son muy pocos, se diría que solo el papel utilizado para la filtración, el cual se dispondría en el recipiente de residuos sólidos dispuesto por la Universidad Santiago de Cali; igualmente cualquier sobrenadante por parte de la filtración y lavado de la obtención de los compuestos inorgánicos se llevaría a los recipientes de disolventes orgánicos no halogenados debido a que presentan líquidos volátiles constituidos por uno o varios lavados realizados a los compuestos obtenidos y en su mayoría son sustancias inflamables y nocivas.

## Referencias Bibliográficas

- Butler, I., & Marrod Jhon, F. (1989). *Inorganic Chemistry*. New York: The Benjamin Cummnigs Publishing Company, Inc.
- Cotton, F., & Wilkinson, G., (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- Huheey, J. (1987). *Inorganic Chemistry*. New York: Harper and Row Publisher.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D, & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.



# **Práctica 3:**

## **Síntesis de trioxalato cromato (III) de potasio trihidratado**

### **Objetivos**

- Preparar un complejo de coordinación de Cr (III), con ligandos quelatos donores de oxígeno.
- Obtener información estructural del complejo aplicando la espectroscopía infrarroja.

### **Introducción**

La síntesis es un proceso en el que las sustancias se combinan para formar completamente nuevas sustancias. En este experimento se sintetiza un compuesto de coordinación. El compuesto de coordinación es el producto de una reacción ácido - base de Lewis en el que las moléculas neutras o aniones se enlazan al metal central por enlaces covalentes coordinados (Miessler, 2014; Nakamoto, 2009).

El ion oxalato puede actuar como ligando bidentado, coordinándose al mismo átomo central a través de dos átomos donadores de oxígeno diferentes y dando lugar a complejos más estables por la formación de anillos quelato. Los complejos de este tipo más conocidos son los trioxalatos de metales trivalentes.

La preparación clásica de esta sal implica la reacción de ácido oxálico, oxalato de potasio monohidratado y dicromato de potasio, en el que la reducción de Cr (VI) a Cr (III) es acompañada por la formación de complejos. La ecuación de equilibrio químico se muestra en la ecuación 6.



## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Defina los términos ácido y base de Lewis, ligando y esfera de coordinación.
- Defina el término isómero geométrico.
- ¿Cuál es el significado de la palabra dicroísmo?
- Investigue la preparación de un complejo oxalato de Ni, Mn o Co. Cite su referencia y diga si esta preparación sería adecuada para añadirla a este experimento. ¿Por qué sí o por qué no?
- Encuentre un método analítico para determinar la cantidad de cromo y oxalato, cite la referencia para el método. ¿Podría hacer la determinación con los reactivos y equipos disponibles en su laboratorio? ¿Por qué sí o por qué no?
- El ácido oxálico se usa para remover herrumbre y corrosión de los radiadores de automóviles. ¿Cómo piensa que funciona?
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica y anotar los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

*Tabla 9. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
✓ Beaker de 10 mL	✓ Oxalato de Potasio monohidratado <sup>(s)</sup>
✓ Vidrio reloj	✓ Ácido Oxálico Dihidratado <sup>(s)</sup>
✓ Plancha calentadora con agitación magnética	✓ Dicromato de Potasio <sup>(s)</sup>
✓ Barra de agitación magnética	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
✓ Micropipeta 100 – 1000 µL	✓ Acetona <sup>(l)</sup>
✓ Gotero	
✓ Baño de agua - hielo	
✓ Embudo Hirsch y Bomba de Vacío	
✓ Papel de filtro	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Síntesis de trioxalato cromato (III) de potasio trihidratado

Prepare una solución de ácido oxálico dihidratado (0.783 g) en agua (3 mL); caliente esta solución casi hasta ebullición. A esta solución añada dicromato de potasio sólido (0,280 g) en pequeñas porciones con agitación constante.

Cuando la solución se haya calentado hasta ebullición se le adiciona oxalato de potasio monohidratado (0,330 g), deje concentrar la solución casi hasta la sequedad. Deje enfriar a temperatura ambiente o en baño de agua fría; se observará la formación de cristales verdes. Pese el papel filtro donde realizará la filtración del compuesto obtenido; filtre y lave con unos pocos mililitros de etanol frío; deje secar y luego determine el porcentaje de rendimiento.

## Caracterización

Obtenga el espectro infrarrojo (empleando el método de la pastilla de KBr) del compuesto obtenido; si el tiempo lo permite haga la determinación de oxalato o cromo que desarrolló en su trabajo previo con el consentimiento del profesor o tutor.

## Preguntas

- Calcule el rendimiento teórico del complejo preparado (muestre los cálculos).
- Calcule el rendimiento experimental del complejo obtenido.
- Calcule el rendimiento teórico del complejo de oxalato y compárelo con la determinación desarrollada.
- ¿Por qué tienen color los compuestos  $K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ ,  $K_2[Cu(C_2O_4)_2] \cdot 2H_2O$ , y  $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ , mientras que  $K_3[Al(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$  es incoloro?
- ¿Cuáles son los nombres de los anteriores compuestos mencionados?
- Determine el espectro IR al producto obtenido e interprete los resultados.

## Tratamiento de residuos

Los residuos generados son en mayor parte producto de la filtración los cuales deben ser recolectados, por lo que se recomienda llevar a cabo su tratamiento y disponga los desechos finales a los recipientes de soluciones inorgánicas o de metales pesado dispuestos por la Universidad Santiago de Cali.

Para el tratamiento de los desechos de  $Cr^{+3}$  se utilizará el método de precipitación con una base en donde se recogerán los desechos de los productos finales de las filtraciones.

Posteriormente adicione NaOH al 20% para asegurarse de tener el cromo en forma insoluble, filtre y deposite en el recipiente de metales pesados, finalmente diluir el filtrado y neutralizar hasta un pH 6 o 7.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J. (1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Books.
- Brisdon, A.K. (2004). *Inorganic Spectroscopic Methods*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton, F. & Wilkinson G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson.
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*.s, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D, & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T (2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.



## **Práctica 4:**

### **Preparación de cloruro de cis y trans diclorobis (etilendiamina) cobalto (III)**

#### **Objetivos**

- Sintetizar dos isómeros geométricos de cobalto (III) utilizando la progresiva transformación de un isómero en otro.
- Caracterizar mediante espectroscopía IR y UV-Vis los complejos de Co (III).

#### **Introducción**

Los complejos de Co(III) son muy numerosos (Miessler, 2014). Experimentan reacciones de intercambio de ligandos con relativa lentitud y por ello, desde los tiempos de Werner y Jørgensen han sido muy estudiados. Gran parte del conocimiento que se posee hoy en día sobre isomería, modos de reacción y propiedades generales de los complejos octaédricos se basa en los estudios de complejos de Co (III). Casi todos los complejos discretos de Co (III) son octaédricos aunque existen algunos ejemplos de otras geometrías.

El centro de Co(III) exhibe una especial afinidad por los ligandos con átomos de nitrógeno como donadores, y muchos complejos contienen amoníaco, aminas como la etilendiamina (en,  $\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-NH}_2$ ), grupos nitro o grupos  $\text{SCN}^-$  coordinados por el átomo de nitrógeno. También

se encuentran complejos con iones halogenuro y moléculas de agua. En general, estos complejos se sintetizan a partir del ion acuoso de Co(II) que se oxida en disolución, típicamente con oxígeno molecular o con peróxido de hidrógeno, en presencia del ligando.

En esta práctica se van a obtener dos estereoisómeros, más específicamente dos isómeros geométricos (cis y trans) de  $[\text{CoCl}_2(\text{en})_2]\text{Cl}$  donde el ligando etilendiamina se coordina como bidentado quelato en posición cis. Los dos isómeros se diferencian en la disposición relativa de los ligandos en torno al centro metálico y poseen propiedades diferentes. En un compuesto octaédrico de fórmula general  $\text{MA}_4\text{B}_2$  hay dos maneras de distribuir los ligandos B en torno al ión central. En el isómero cis los dos grupos B se encuentran adyacentes y en el isómero trans se encuentran en posiciones opuestas. En nuestro caso la situación es de este tipo, pues se coordinan al centro metálico cuatro átomos de nitrógeno y dos de cloro. El producto de partida de Co(II) se oxida con oxígeno molecular haciendo burbujear aire sobre una disolución que contiene dicho producto y el ligando etilendiamina. El proceso se realiza sumergiendo el frasco lavador en un baño de agua caliente para favorecer el proceso. En medio ácido (se añade HCl tras la oxidación) se forma el derivado trans- $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}\cdot\text{HCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  que pierde HCl por calentamiento. Este isómero trans, de color verde, se puede transformar en el cis, de color morado, por evaporación de una disolución acuosa neutra entre 90 y 100°. Tanto el isómero cis como el trans se hidratan al calentarlos en agua de acuerdo con las reacciones que se indican en las ecuaciones 7 y 8.



## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrollar su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica; así como también anotar los riesgos especiales asociados.



## Material y reactivos

**Tabla 10. Relación de Materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Plancha de calentamiento y agitación	✓ Cloruro de cobalto hexahidratado <sup>(s)</sup>
✓ Equipo de filtración al vacío	✓ HCl Concentrado <sup>(sol)</sup>
✓ Goteros	✓ Etilendiamina al 10% <sup>(sol)</sup>
✓ Hielo	✓ Metanol <sup>(l)</sup>
✓ 2 Beakers de 50 mL	✓ Hidróxido de amonio <sup>(sol)</sup>
✓ 1 Beaker de 100 mL	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
✓ 1 Micro espátula	✓ Eter <sup>(l)</sup>
✓ 1 Vidrio reloj	
✓ 1 Pinza nuez	
✓ 1 Frasco lavador	
✓ 1 Micropipeta 100-1000 $\mu$ L y puntas	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Caracterización de cloruro de trans dicloro-bis (etilendiamina) cobalto (III)

En un tubo de ensayo con desprendimiento lateral equipado con una entrada de aire (ver Figura 3), coloque 300 mg de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 2 mL de agua destilada y 1.0 mL de etilendiamina.

Sumerja el tubo de reacción en un baño de agua caliente (90-95°C) y conecte al brazo lateral del tubo un aspirador de aire. El sistema de reacción, que es de color púrpura, se debe mantener bajo estas condiciones durante un periodo de una hora, adicionando de vez en cuando agua destilada por el tubo de entrada de aire para mantener el volumen de agua. Después de una hora de calentamiento, retire la succión y seque el tubo de reacción del baño de agua (la solución resultante debe estar casi a sequedad).

*Nota: No apague la succión hasta que desconecte el tubo. Esto evitará que el agua se devuelva en el tubo de reacción debido a la variación de la presión.*

Deje que el tubo se enfríe a aproximadamente 50-60°C; usando una micropipeta, añada lentamente 600 µL de HCl concentrado por el tubo de entrada. Agite el tubo de ensayo con cuidado y colóquelo nuevamente en el baño maría caliente. Vuelva a colocar la succión; este procedimiento se continua hasta que el volumen de la solución se disminuya al punto que los cristales del producto sean evidentes.

Desconecte el tubo de aspirador, retire del baño de agua y colóquelo en un baño de agua y hielo, raspe el sólido resultante del tubo y recoja mediante filtración al vacío usando un embudo Hirsch. Lave los cristales con dos porciones de 2 mL de metanol, que se añaden al tubo de reacción para recoger el producto cristalino adicional. Luego realice lavados con dos porciones de 1 mL de dietil éter. Los cristales verdes son en realidad la sal de hidrocloreuro del producto deseado.

**Figura 3. Aparato de tubo de ensayo con desprendimiento lateral**



Fuente: elaboración propia (2017).

## Caracterización del producto

Registre el espectro infrarrojo (empleando pastilla de KBr) del compuesto para la comparación con el isómero cis que preparará en la siguiente guía de laboratorio (separación de un isómero óptico). Determine el porcentaje de rendimiento y el punto de ebullición del producto.

## **Caracterización de cloruro de cis dicloro-bis (etilendiamina) cobalto (III)**

Disuelva 300 mg del producto obtenido en la práctica anterior (cloruro de trans dicloro-bis(etilendiamina) cobalto (III)), en 0,6 mL de hidróxido de amonio lentamente y observe lo que ocurre. Coloque esta solución en baño de agua y evapore hasta sequedad. Filtre y lave el producto con etanol y éter etílico, seque a temperatura ambiente. Calcule el rendimiento y obtenga el espectro IR. Determine el punto de fusión del producto.

### **Preguntas**

- Indique las reacciones que han tenido lugar en el desarrollo de la práctica. Calcule los rendimientos. ¿Cuál es el reactivo limitante en la formación del isómero trans? Explique la razón.
- ¿Se podría haber llevado a cabo la oxidación de Co(II) si no se hubiese añadido, antes de efectuar ésta, con el ligando etilendiamina u otro similar? Explique su respuesta.
- Dibuje los dos isómeros obtenidos. ¿Cuál es el producto termodinámicamente más estable? ¿Por qué?
- Con el espectro visible-ultravioleta de los dos isómeros indique el número de bandas que se observan en la región visible. ¿Coincide con las esperadas? Explique si hay discrepancia.
- ¿Alguno de los complejos obtenidos presenta quiralidad? En caso positivo, ¿cuál sería la rotación específica esperada para la muestra que se obtiene?

### **Tratamiento de residuos**

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a pH=7) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre para luego diluir con agua y arrójela por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados se deben disponer en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Butler, I., & Marrod Jhon, F. (1989). *Inorganic Chemistry*. New York: The Benjamin Cummnigs Publishing Company, Inc.
- Cotton, F. & Wilkinson G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson.
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. (Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D., & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Weller, M. & Overton, T. (2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

## **Práctica 5:**

### **Separación de un isómero óptico de cloruro de cis-diclorobis (etilendiamina) cobalto (III)**

#### **Objetivos**

- Precipitar selectivamente el isómero d (dextro) de la mezcla racémica de los dos isómeros ópticamente activos presentes en el isómero geométrico cis-[Co(en)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>]Cl.
- Aislar y purificar el isómero dextro.
- Determinar el valor de la rotación específica  $[\alpha]_D$  del producto usando un polarímetro.

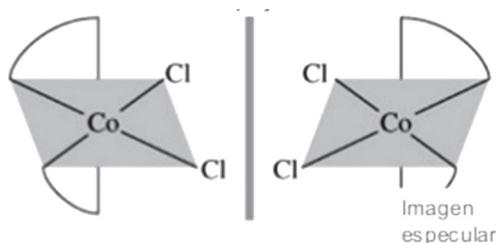
#### **Introducción**

El isómero cis [Co(en)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>]Cl (ver experimento anterior para la síntesis de este isómero) en realidad consiste de dos isómeros que son imágenes especulares entre sí (Housecroft, 2012). Dichos isómeros se conocen como isómeros ópticos. Las dos formas de estos isómeros se muestran en la Figura 4.

Estas dos formas, muy parecidas a su mano derecha e izquierda, no se pueden sobreponer entre sí. Los isómeros ópticos generalmente tienen propiedades físicas muy similares y son muy difíciles de separar (resolver). La forma más común de separar los isómeros ópticos es tratando la mezcla

(llamada mezcla racémica) con otro compuesto que es ópticamente activo, con el cual uno de los isómeros forma una sal insoluble. En este experimento los dos isómeros ópticos se tratan con d-tartrato antimónico de potasio, el cual selectivamente precipita uno de los dos isómeros ópticos, el isómero d, al cual se le determina la rotación específica  $[\alpha]$  en el polarímetro.

**Figura 4. Isómeros ópticos de  $cis-[Co(en)_2Cl_2]^+$**



Fuente: Housecroft (2012).

La rotación específica  $[\alpha]$  está dada por la ecuación 9:

$$[\alpha]_D = \frac{\alpha}{C \cdot l} \quad (9)$$

Donde  $\alpha$  es la rotación observada,  $l$  es la longitud del camino de la solución en el polarímetro (en decímetros) y  $C$  es la concentración en  $g/cm^3$ . La letra D significa la línea D de sodio, frecuencia sencilla del espectro de emisión del sodio atómico.

Agregando d-tartrato antimónico de potasio, el isómero d de  $cis-[Co(en)_2Cl_2]Cl$  se puede precipitar selectivamente de la mezcla racémica de los dos isómeros ópticamente activos d-tartrato antimónico de potasio.

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica; así como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

**Tabla 11. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Plancha calentadora- agitadora	✓ D-tartrato antimonil de potasio <sup>(s)</sup>
✓ Magneto pequeño	✓ Cis -[Co(en) <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> ]Cl (sintetizado) <sup>(s)</sup>
✓ Erlenmeyer de 10 mL	
✓ Baño de agua	
✓ Goteros	
✓ Pipeta graduada de 10 mL	
✓ Equipo de filtración al vacío	
✓ Papel de filtro	
✓ Polarímetro	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

En un Erlenmeyer de 10 mL coloque una barra agitadora magnética y disuelva 167 mg de d-tartrato antimonil de potasio en 2 mL de agua (use pipeta graduada). Asegure el Erlenmeyer en un baño de agua colocado sobre una plancha calentadora con agitación magnética.

En un vaso de precipitados de 10 mL, disuelva 145 mg de cis-[Co(en)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>]Cl en 4 mL de agua, transfiera la solución en el vaso de precipitados, usando una pipeta de Pasteur a la solución en el Erlenmeyer. Caliente la solución en un baño de agua a 70-80°C, agitando continuamente por 45 minutos. Durante este período se formará un precipitado de color violeta claro. Enfríe el Erlenmeyer a temperatura ambiente.

## Aislamiento del Producto

Recolecte el producto cristalino por filtración con succión usando un embudo Hirsch. Lave la pasta del filtrado con dos porciones de 0.5 mL de agua muy fría. Seque el producto sobre papel de filtro. Determine el porcentaje de rendimiento y el punto de fusión del producto.

## Caracterización del Producto

Determine el valor de la rotación específica  $[\alpha]_D$  del producto usando un polarímetro. El compuesto se debe disolver en agua muy caliente, y la rotación específica se mide inmediatamente, puesto que el producto precipita al enfriarse.

## Preguntas

- ¿Qué configuración debe estar presente para que una molécula orgánica sea óptimamente activa?
- ¿Qué elementos de simetría hacen a un compuesto óptimamente activo?
- Calcule el porcentaje de rendimiento de la reacción
- Determine el valor de la rotación específica  $[\alpha]_D$  del producto.
- Dibuje las estructuras de los isómeros geométricos y ópticos de  $\text{Co}(\text{gli})_3$ , donde  $\text{gli}=\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO}^-$  (glicinato).
- Dibuje las estructuras de los isómeros ópticos de  $\text{Co}(\text{EDTA})^-$ , donde  $\text{EDTA}=(\text{O}_2\text{CCH}_2)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CO}_2^-)_2$

## Tratamiento de residuos

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a pH=7) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre para luego diluir con agua y ser arrojada por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados se deben disponer en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.



## Referencias Bibliográficas

- Brisdon, A.K. (2004). *Inorganic Spectroscopic Methods*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- Huheey, J. (1987). *Inorganic Chemistry*. New York: Harper and Row Publisher.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley. (Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Weller, M. & Overton, T. (2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.



## Práctica 6:

# Síntesis y caracterización de los compuestos nitrato de tetraaminocarbonatocobalto (III) y cloruro de cloropentaminocobalto (III)

### Objetivos

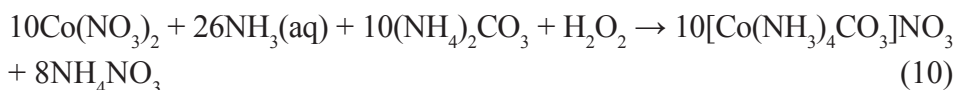
- Sintetizar  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$  cobalto (III) a partir de Co (II) (reacción de sustitución y oxidación *in situ*).
- Sintetizar  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  a partir de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$ .
- Reconocer ambos compuestos sintetizados según espectros IR, UV-visible.

### Introducción

Los experimentos que involucran la preparación acuosa de complejos de cobalto (III) son muy comunes en muchos libros de texto escritos para su uso en el laboratorio de química inorgánica (Angelici, 1999; Miessler, 2014). Los compuestos de coordinación de Co (III) han sido de particular interés debido a que sus complejos son cinéticamente inertes, se someten a intercambio de ligandos muy lentamente en comparación con otros metales de transición. El complejo de metal de  $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^{2+}$  reacciona muy rápidamente con agua, para someterse a una reacción de sustitución del ligando, para formar  $\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$ . Las reacciones análogas de  $\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$  y  $\text{Cr}(\text{NH}_3)_6^{3+}$  se producen muy lentamente en solución acuosa. El campo de los ligandos y la teoría orbital molecular se pueden usar para explicar

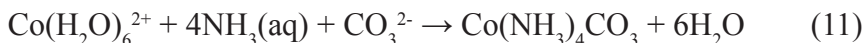
cualitativamente las diferencias en la reactividad. La lenta reactividad de los complejos octaédricos han conducido a extensas investigaciones de estos compuestos. En este experimento, se preparan los compuestos de coordinación  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$  y  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  mediante reacciones de sustitución de ligandos.

La síntesis de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$  implica la siguiente ecuación balanceada 10:



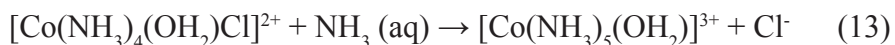
El nitrato de cobalto  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  es higroscópico (tiende a absorber vapor de agua atmosférico). Tras la exposición a la humedad atmosférica, el nitrato de cobalto tiene la fórmula  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

Los complejos de Co(II) reaccionan muy rápidamente por intercambio de ligandos, por tanto, un posible primer paso es la reacción 11:



Este último complejo de  $\text{Co}^{\text{II}}$  podría entonces ser oxidado por la transferencia de un electrón del  $\text{H}_2\text{O}_2$  para formar el  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]^+$  con el ion  $\text{Co}^{\text{III}}$ . El ion carbonato es un ligando bidentado y deja dos sitios de coordinación abiertos. Las moléculas de agua o iones cloruro pueden ocupar los sitios de coordinación abiertos. El agua no es un ligando particularmente fuerte y la adición de iones tales como  $\text{X}^-$ ,  $\text{NH}_3$ , o  $\text{NO}_2^-$  conduce a la sustitución de estas moléculas de agua coordinadas.

La síntesis de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  procede a partir del rendimiento del complejo de carbonato con la serie de ecuaciones 12,13 y 14:



La caracterización de los complejos metálicos implicará varias técnicas. El uso de la espectroscopia infrarroja examina las frecuencias de los modos de vibración de la molécula. Por ejemplo, la absorción se prevé en frecuencias características de los modos de estiramiento y plegado de los grupos  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NH}_3$ , y  $\text{NO}_3^-$  en  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$ . El espectro del  $\text{CO}_3^{2-}$  en el complejo metálico es diferente que para el ión en  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , mientras que las bandas de absorción resultantes de los modos de vibración del contraíón  $\text{NO}_3^-$  en el complejo de metal son similares a los observados en  $\text{NaNO}_3$ . El espectro IR de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  consta de absorciones atribuidas principalmente a los grupos  $\text{NH}_3$ . Otros modos de estiramiento (por ejemplo, Co-N, Co-Cl) son, en principio, también medibles, pero pueden ocurrir a una frecuencia más baja que se puede observar en un espectrofotómetro infrarrojo típico.

El uso de mediciones de conductividad permite la determinación del número de iones en solución. Dos electrodos se sumergen en una solución y se aplica un potencial entre ellos, resultando en una corriente producida en el circuito externo que conecta los dos electrodos. La comunicación eléctrica entre los dos electrodos en solución implica el movimiento de iones en la solución. Suponiendo que no hay electrólisis apreciable producida en la solución, la magnitud de la corriente observada generalmente obedece a la Ley de Ohm:  $V = i \times R$ , donde  $V$  es el potencial aplicado,  $i$  es la corriente medida, y  $R$  es la resistencia de la solución.

La conductividad determinada experimentalmente refleja las contribuciones de todos los iones presentes en la solución que son móviles y pueden llevar a la corriente. La conductividad es dependiente de la concentración, los valores así medidos para diferentes soluciones no son fáciles de comparar directamente. La conductividad molar (a veces denominada conductividad equivalente) es la cantidad que se utiliza. La conductividad molar se simboliza por  $\Lambda_m$ , y se define como la conductividad de la solución ( $\kappa$ ) normalizado por la concentración ( $C$ ):  $\Lambda_m = \kappa / C$ . Cada ion solo tiene una carga de conductividad molar cerca de  $60 \Omega^{-1} \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1}$ . Una solución 1:1 de electrolito tiene una conductividad cerca de  $120 \Omega^{-1} \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1}$ . Iones grandes y en movimiento lento o muy cargados tienden a dar un valor con menor conductividad. Especies que implican  $\text{H}^+$  y  $\text{OH}^-$ , es decir, ácidos y bases, tienen enlaces de hidrógeno y se desvían del intervalo típico dado anteriormente. La Tabla 12 muestra una gama de conductividades molares para varios conductores iónicos en disolución acuosa.

**Tabla 12. Conductividades molares de acuerdo al número de iones**

Número de iones	Conductividad molar, $\Omega^{-1} \text{ cm}^2 \text{ mol}^{-1}$
2 (1:1)	96-150
3 (1:2)	225-273
4 (1:3)	380-435
5 (1:4)	540-560

Fuente: elaboración propia (2017).

## Ejercicios previos

- Lea las páginas apropiadas referentes a los temas de cobalto (II) y cobalto (III), sustitución de ligandos y conductividad. Autores: Cotton y Wilkinson.
- El libro *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry* por R. J. Angelici tiene alguna información útil sobre este experimento.
- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica y así como también anotar los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

**Tabla 13. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Micropipeta 100 – 1000 <math>\mu\text{L}</math></li> <li>✓ Beaker 5 mL</li> <li>✓ Beaker 10 mL</li> <li>✓ Pipeta graduada 5 mL</li> <li>✓ Microespátula</li> <li>✓ Gotero</li> <li>✓ Plancha de agitación y Calentamiento</li> <li>✓ Equipo de filtración al vacío</li> <li>✓ Papel filtro</li> <li>✓ pH-metro</li> <li>✓ Imán pequeño</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Carbonato de amonio<sub>(s)</sub></li> <li>✓ Amoniaco concentrado<sub>(sol)</sub></li> <li>✓ Nitrato de cobalto II (Hexahidratado)<sub>(s)</sub></li> <li>✓ Etanol<sub>(l)</sub></li> <li>✓ Peróxido de hidrógeno<sub>(sol)</sub></li> <li>✓ Ácido clorhídrico concentrado<sub>(sol)</sub></li> </ul>

Fuente: elaboración propia (2017).

## **Procedimiento experimental**

### **Síntesis de nitrato de tetraaminocarbonatocobalto (III)**

Prepare una solución de peróxido de hidrógeno tomando 0.5 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  concentrado y diluirlo en 1.04 mL de  $\text{H}_2\text{O}$ . Rotule la solución.

Pese 0.6 g de  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y disolverlos en 6.28 mL de  $\text{H}_2\text{O}$ . Rotule la solución.

Disuelva 0.6 g de carbonato de amonio en 3.42 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  en un beaker bajo agitación constante hasta solubilizar. Luego añada 3 mL de  $\text{NH}_3$  (hidróxido de amonio) acuoso concentrado. A la solución anterior, adicione gota a gota la solución de nitrato de cobalto II hexahidratado preparada previamente. Posteriormente adicione lentamente la solución de peróxido de hidrógeno preparada.

Lleve la solución obtenida a calentamiento con agitación suave para lograr una reducción de 2/3 del volumen inicial, durante el calentamiento agregue cinco porciones de 200 mg de carbonato de amonio.

Posteriormente filtre la solución obtenida en caliente y lleve la solución a un baño maría frío hasta que aparezcan los cristales; en caso de que no aparezcan llévela a calentamiento nuevamente hasta reducir aún más el volumen del filtrado, y coloque nuevamente en el baño maría frío; realice una segunda filtración pesando previamente el papel filtrado para determinar el rendimiento.

Lave los cristales con unas cuantas gotas de etanol frío y luego deje secar a temperatura ambiente o llévelo a un desecador hasta el otro día si lo desea. Una vez los cristales estén secos guárdelos y destine un poco para hacer la caracterización del complejo bien sea una determinación del espectro UV – Vis e IR o conductividad.

## Síntesis de cloruro de cloropentaminocobalto (III)

Disuelva 500 mg de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4\text{CO}_3]\text{NO}_3$  en 0,500 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  y luego añada 0,100 mL de HCl concentrado poco a poco hasta que todo el gas  $\text{CO}_2$  se desprenda. Neutralice la solución con hidróxido de amonio concentrado aproximadamente 0,100 mL, corroborar con pH-Metro o cinta tornasol. Añada un exceso de alrededor de 0.500 mL de  $\text{NH}_3$  concentrado. Caliente durante 20 minutos, evitando la ebullición, para formar  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{H}_2\text{O}]^{3+}$ . Nota: cualquier cambio de color se debe a que la molécula de agua coordinada se sustituye. Enfríe la solución ligeramente y añada lentamente 0.750 mL de HCl concentrado. Vuelva a calentar durante 20-25 minutos y tome nota de cualquier cambio en el color. Enfríe a temperatura ambiente y vele por la formación de un precipitado. Aisle el producto cristalino mediante filtración al vacío, pese previamente el papel filtro para calcular el rendimiento obtenido. Lave el compuesto varias veces con porciones de 0.100 mL de etanol frío y seque completamente los cristales en desecador o estufa a unos 50 – 80°C. Una vez los cristales estén secos guárdelos y destine un poco para hacer la caracterización del complejo bien sea una determinación del espectro UV – Vis e IR o conductividad.

## Caracterización de los complejos obtenidos

### Ultravioleta-Visible

Prepare una solución, utilizando un matraz aforado de 25 mL, con una concentración cercana a 0.005 M. Realice la absorbancia con una cubeta de 285 nm a 700 nm, éstas deben estar entre 0,5 y 1,0. Anote la longitud de onda de máxima absorción y absorbancia. Ajuste la concentración y preparar una segunda solución si la absorbancia esta fuera de ese rango.

### Medidas de conductividad

Prepare una solución de KCl 0,0200 M en agua destilada para todo el salón y esta solución la utilizarán para calcular la constante (k) de la celda. La conductancia específica a 25 °C es  $2,768 \times 10^{-3} \text{ ohm}^{-1}$ .



Luego prepare soluciones 0,001 M de ambos complejos y mida la conductancia de éstas.

Calcule la conductividad molar ( $\Lambda_m$ ) y compárela con los valores de la Tabla 12. Asegúrese de enjuagar la celda con agua destilada antes y después de su uso.

### **Preguntas**

- Dibuje la estructura de cada uno de los complejos sintetizados
- ¿Cuál es el reactivo limitante en la síntesis de nitrato de tetraaminocarbonatocobalto (III)?
- ¿Qué se puede determinar sobre la estructura de un complejo de coordinación mediante la medición de su conductancia en una solución de concentración conocida?
- ¿Por qué se acidifica en la síntesis de cloruro de cloropentaminocobalto (III) y luego se neutraliza con  $\text{NH}_3$  y vuelve a necesitar más  $\text{HCl}$ ?
- ¿Qué otra sustitución de ligandos pueden ejecutarse a partir del último complejo obtenido? Formule las posibles reacciones
- Exponga de manera breve cómo podría hacer que esta guía fuera más eficiente en el tratamiento de residuos.

### **Tratamiento de residuos**

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica (debido al amoníaco concentrado) acidifique hasta conseguir un pH de 7, si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralizar (a  $\text{pH}=7$ ) con una base fuerte y tener en cuenta la formación del precipitado ya que puede ser parte del cobalto que no reaccionó y se deba filtrar para luego diluir con agua y ser arrojada por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados se deben disponer en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J. (1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Books.
- Butler, I., & Marrod J, F. (1989). *Inorganic Chemistry*. New York: The Benjamin Cummnigs Publishing Company, Inc.
- Cotton, F. & Wilkinson, G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D, & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

# Práctica 7: Síntesis de nitrato de pentaaminonitratocobalto (III)

## Objetivos

- Sintetizar  $[\text{Co}(\text{NO}_3)(\text{NH}_3)_5] (\text{NO}_3)_2$
- Identificar mediante espectroscopía IR y UV-Vis el complejo  $[\text{Co}(\text{NO}_3)(\text{NH}_3)_5] (\text{NO}_3)_2$

## Introducción

Los complejos amino cobalto (III) son compuestos en general aislables y cristalizados constituyendo ejemplos típicos de coordinación (Szafran, 1991; Weller, 2014). De hecho los primeros compuestos de coordinación fueron estudiados por Werner y eran complejos de cobalto con amoníaco. La química de coordinación es básica a la hora de comprender el papel que juegan muchos metales en los organismos vivos. El cobalto presenta dos estados de oxidación habituales, el (+2) y (+3). Los complejos de cobalto (II) son generalmente lábiles (los ligandos se sustituyen rápidamente) mientras que los de cobalto (III) son generalmente inertes. Por ello, la mayoría de complejos de cobalto (III) se obtiene por adición de ligandos a una disolución de cobalto (II) y posterior oxidación a cobalto (III). En esta práctica se sintetiza el complejo nitrato de pentaaminonitrato-cobalto (III). Partiendo del carbonato de cobalto (II) el cual se transforma a nitrato por reacción con ácido nítrico, el cobalto (II) se acompleja y finalmente se oxida a cobalto (III) con agua oxigenada.

## Ejercicios previos

- Lea las páginas referentes a los temas del nitrato de pentaaminonitrato-cobalto (III).
- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle el diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica, así como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

*Tabla14. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
✓ Plancha de calentamiento y agitación	✓ Carbonato de cobalto <sup>(s)</sup>
✓ Erlenmeyer de 10 mL	✓ Peróxido de Hidrógeno <sup>(sol)</sup>
✓ Vidrio reloj	✓ Ácido nítrico concentrado <sup>(sol)</sup>
✓ Magneto pequeño	✓ Nitrato de Amonio <sup>(s)</sup>
✓ Pipeta graduada de 5 mL	✓ Amoniac <sup>(sol)</sup>
✓ Micropipeta entre 100-1000 $\mu$ L	✓ Acetona <sup>(l)</sup>
✓ Beaker de 20 mL y 100 mL	
✓ Equipo de succión al vacío	
✓ Papel filtro	
✓ Micro espátula	
✓ Goteros	
✓ Varilla de agitación	
✓ Baño agua-hielo	

Fuente: elaboración propia (2017).

## **Procedimiento experimental**

Antes de iniciar prepare 5 mL de una solución de peróxido de hidrógeno al 6% en peso/volumen, 10 mL de ácido nítrico (1:1) y 5 mL de ácido nítrico (1:2).

En un beaker de 20 mL disuelva 800 mg de carbonato de cobalto (II) en 4 mL de agua destilada y agregue 2,5 mL de HNO<sub>3</sub> concentrado.

Cuando la disolución se complete, filtre el residuo de color oscuro y agregue 400 mg de nitrato de amonio, caliente la solución hasta que se disuelva completamente y luego enfríe a temperatura ambiente.

Añada 4 mL de amoniaco concentrado (tenga en cuenta que esta operación se realiza bajo la campana de extracción) tape con un vidrio reloj y enfríe la solución en un baño de hielo-agua. Una vez frío añada lentamente y con agitación 4 mL de la solución de peróxido de hidrógeno al 6%. Saque la disolución de color oscuro del frío. Caliente la disolución durante media hora a 50°C hasta que cambie a marrón rojizo y el amoniaco se volatilice. Filtre para eliminar un poco de óxido de cobalto, enfríe y añada lentamente 6 mL de la solución de ácido nítrico (1:1), caliente el líquido de color rojo oscuro brillante a temperatura de ebullición y el sólido empiece a precipitar.

## **Aislamiento del Producto**

Enfríe en hielo, filtre y lave los cristales con 2 mL de la solución de ácido nítrico (1:2), filtre al vacío para recoger el precipitado y finalmente lave con 2 mL de acetona. Deje secar a temperatura ambiente. Pese el producto final y calcule el porcentaje de rendimiento.

## **Caracterización del producto**

Obtenga el espectro IR del producto obtenido e identifíquelo mediante espectroscopia UV-Vis.

## Preguntas

- a. Escriba y balancee las reacciones y semi reacciones en este experimento.
- b. Busque las propiedades que permiten caracterizar los compuestos sintetizados: puntos de fusión, susceptibilidad magnética, espectros de masa, IR, RMN,  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , Uv-Vis, distancia de enlace, ángulos de enlace, momentos dipolares entre otras propiedades.
- c. Dibuje la estructura del complejo sintetizado.
- d. ¿El complejo descrito puede presentar algún isómero? Dibuje su estructura.
- e. ¿Puede el complejo obtenido tener isómeros de ionización? Explique.
- f. ¿Qué hibridación presenta el cobalto en el complejo?

## Tratamiento de residuos

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a pH=7) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; fíltre, diluya con agua y arrójela por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados se deben disponer en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J. (1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Books.
- Brisdon, A.K. (2004). *Inorganic Spectroscopic Methods*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton, F. & Wilkinson G.(2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York:Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D, & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.





## **Práctica 8:**

### **Síntesis y caracterización de los isómeros de enlace cloruro de pentaaminonitrocobalto (III) y cloruro de pentaaminonitritocobalto (III)**

#### **Objetivos**

- Sintetizar los isómeros  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{NO}_2]\text{Cl}_2$  y  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{ONO}]\text{Cl}_2$  a partir del complejo  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$
- Caracterizar los compuestos de coordinación obtenidos empleando espectroscopía IR.
- Observar el intercambio de ligandos que se coordinan al cobalto.

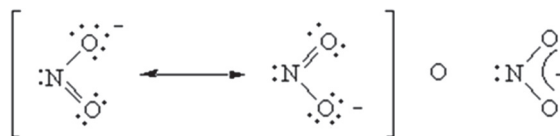
#### **Introducción**

Los isómeros de enlace contienen los mismos ligandos pero uno o más ligandos se coordinan al metal a través de átomos diferentes. Estos ligandos se conocen como ambidentados (Housecroft, 2012; Nakamoto, 2009).

El ión  $\text{NO}_2^-$  tiene pares de electrones solitarios sobre los átomos de oxígeno y nitrógeno y se puede coordinar a metales a través de ambos. Con ciertos metales se pueden observar ambas formas de coordinación al mismo fragmento metálico.

El ion nitrito,  $\text{NO}_2^-$ , tiene dos estructuras de resonancia diferentes (Figura 5), cada uno con la carga negativa en un átomo de oxígeno diferente:

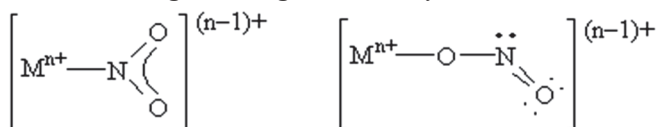
**Figura 5. Estructuras del ion Nitrito**



Fuente: Housecroft (2012).

En este ejemplo, el ión  $\text{NO}_2^-$  es ambidentado, lo que da lugar a dos isómeros de enlace. En la forma nitro el ligando se enlaza a través del par libre en el átomo de N. En la forma nitrito el enlace se forma por donación del par libre del oxígeno (Figura 6). Los complejos nitro y nitrito se pueden distinguir por el color y mediante su espectro de IR. La estructura de estos dos isómeros se muestra en la Figura 6.

**Figura 6. Ligandos Nitro y Nitrito**

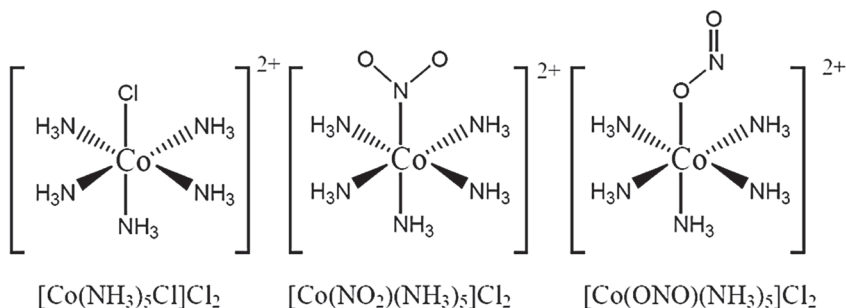


Fuente: Housecroft (2012).

Previo a la síntesis de estos compuestos hay que preparar el complejo  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ . Este compuesto es una de las aminas de cobalto más importantes y sustrato de partida para la preparación de muchos complejos de cobalto.

Las estructuras de los tres complejos preparados en este laboratorio se representan en la Figura 7.

**Figura 7. Estructura de complejos preparados**



Fuente: Housecroft (2012)

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental así como también los cálculos necesarios.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica y también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

*Tabla 15. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
✓ Micropipeta 100 – 1000 $\mu\text{L}$	✓ Cloruro de amonio <sup>(s)</sup>
✓ Beaker 5 mL	✓ Amoníaco concentrado <sup>(sol)</sup>
✓ Beaker 10 mL	✓ Cloruro de cobalto II (Hexahidratado) <sup>(s)</sup>
✓ Pipeta graduada 5 mL	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
✓ Microespátula	✓ Peróxido de hidrógeno al 30%
✓ Gotero	✓ Ácido clorhídrico concentrado <sup>(sol)</sup>
✓ Plancha de agitación y Calentamiento	✓ Nitrito de sodio <sup>(s)</sup>
✓ Equipo de filtración al vacío	✓ Eter <sup>(l)</sup>
✓ Papel filtro	
✓ Imán pequeño	
✓ Baño maría	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Síntesis de cloruro de pentaaminocobalto (III)

Pese 0.4 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y disuélvalo en 2 mL de amoníaco concentrado, después adicione a esta solución 1 g de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Luego añada 1.5 mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  con agitación constante a la solución anterior, adicione gota a gota la solución. Por la reacción exotérmica que se produce se recomienda realizar esta reacción en un baño maría frío.

Posteriormente lleve la solución a calentamiento hasta ebullición por unos cinco minutos y enfríe nuevamente en baño maría con hielo; el producto debe cristalizarse. Los cristales deben ser de color púrpura, en caso de no ser así, caliente nuevamente hasta ebullición y adicione 0.8 mL de HCl hasta que la solución cambie a un color azul.

Enfríe nuevamente para recrystalizar y luego filtre al vacío, pese previamente el papel filtro para determinar el rendimiento. Deje un poco del producto obtenido para realizar el estudio por IR (Nakamoto, 2009).

### **Síntesis de cloruro de pentaaminonitrocobalto (III)**

Prepare una solución de amoníaco al 12 % y una solución de HCl al 10 %.

*Nota: estas soluciones puede ser preparadas para todo el curso si se tiene en cuenta las cantidades a usar.*

Pese en un beaker de 5 mL 0.15 g de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  obtenido del complejo anterior, dilúyalo con 2 mL del amoníaco preparado al 12%. Posteriormente caliéntelo hasta que se diluya, filtre la solución obtenida en caliente y lleve la solución nuevamente a calentamiento hasta que se reduzca un poco. Déjela enfriar y acidifique con HCl al 10%, añada aproximadamente 0.500 mL.

Luego adicione 0.2 g de  $\text{NaNO}_2$  a la solución anterior y caléntela suavemente hasta que se disuelva, después déjela enfriar en un baño maría con hielo hasta que aparezcan los cristales; fíltrela al vacío; no olvide pesar el papel filtro para determinar el rendimiento. Lave los cristales con unas pocas gotas de etanol y éter frío, deje secar el producto y calcule el porcentaje de rendimiento.

Una vez los cristales estén secos guárdelos y destine un poco para hacer la caracterización del complejo por espectroscopia infrarroja.

## Síntesis de cloruro de pentaaminonitritocobalto (III)

Pese en un beaker de 5 mL 0.1 g de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ , y dilúyalo con 2 mL del amoníaco preparado al 24%. Posteriormente caliente suavemente hasta diluirse, filtre la solución en caliente y llévela nuevamente a calentamiento hasta que se reduzca un poco. Deje enfriar y acidifique con HCl al 10%, hasta que la solución tenga un pH neutro.

Enfríe la solución a temperatura ambiente y luego adicione 0.2 g de  $\text{NaNO}_2$ ; después déjela enfriar en un baño maría con hielo (preferiblemente en un congelador por una o dos horas) hasta que aparezcan los cristales, filtre al vacío. No olvide pesar el papel filtro para determinar el rendimiento. Lave los cristales, primero con unas pocas gotas de agua fría y luego con etanol frío; deje secar el producto y calcule el porcentaje de rendimiento.

Una vez los cristales estén secos guárdelos y destine un poco para hacer la caracterización del complejo por espectroscopia infrarroja.

### Preguntas

- Escriba las ecuaciones balanceadas que se involucran en la preparación de los complejos.
- Calcule el rendimiento en cada uno de los complejos preparados.
- En la síntesis de  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$  se utilizó 1.5 mL de peróxido de hidrógeno al 30%. Explique con qué fin se añade este reactivo.
- Explique con qué propósito se calienta para reducir a la mitad el volumen de la mezcla final obtenida.
- ¿Qué diferencia estructural existe entre estos compuestos? ¿Cuál es más estable?
- ¿Por qué es necesario esperar más tiempo para la preparación del compuesto nitrito que para el de nitro?
- Haga un análisis de los espectros y compárelos con la literatura. Además, defina los grupos característicos de cada complejo y defina en qué región deberían observarse con base a los IR obtenidos.

## **Tratamiento de residuos**

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica (debido al amoníaco concentrado) y no hay presencia de sólidos acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado filtre primero ya que el mayor contaminante obtenido será cobalto el cual deberá desecharse en su respectivo recipiente en el cuarto de desechos designado por la Universidad Santiago de Cali.

En caso que la solución esté ácida neutralice (a  $\text{pH}=7$ ) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado para filtrar. Los papeles filtros utilizados deben ser dispuestos en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J. (1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Book.
- Cotton, F. & Wilkinson, G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D, & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.





## **Práctica 9:**

### **Síntesis de acetato de cobre (II) monohidratado**

#### **Objetivos**

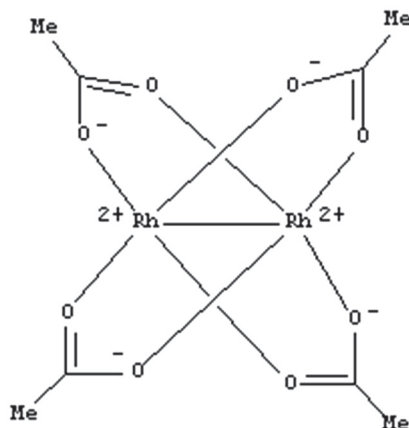
- Sintetizar un complejo de cobre que contiene enlace metal-metal.
- Caracterizar el complejo por espectroscopía IR y el momento magnético.
- Ilustrar los conceptos de diamagnetismo, paramagnetismo, enlace metal-metal y susceptibilidad magnética.

#### **Introducción**

La idea de que los átomos metálicos podrían individualmente enlazarse a otros átomos metálicos apareció comparativamente tarde en el desarrollo de la Química Inorgánica. Generalmente se conocen compuestos que contienen no solamente enlaces simples M-M, sino también enlaces dobles, triple y aun cuádruples (Cotton, 1998; Miessler, 2014). En este experimento se sintetiza y caracteriza un compuesto de cobre que contiene un enlace metal-metal.

Los compuestos más comunes de Rh e Ir formados en el estado de oxidación II son especies puente que contienen un enlace metal-metal. El caso más familiar de éstos es tetraquis(acetato)-dirodio(II), cuya estructura se muestra en la Figura 8.

**Figura 8. Estructura de tetraquis(acetato)-dirodio (II)**

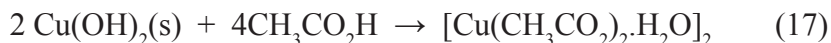
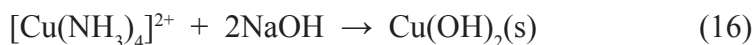


Fuente: Cotton (1998)

En este complejo, los electrones desapareados de rodio (II) ( $d^7$ ) están fuertemente acoplados, y el complejo es diamagnético. El enlace metal-metal es muy corto, solamente  $2.386\text{Å}$ , conduciendo a la conclusión de que en este complejo está presente un enlace rodio-rodio. Otros metales de transición forman acetatos similares con enlaces metal-metal.

La estructura de la Figura 8 es semejante a la que presenta el acetato de cobre(II) hidratado, el cual puede contener un enlace cobre-cobre. En el complejo de cobre, solamente existe un débil acoplamiento de los electrones desapareados en los iones cobre (II) ( $d^9$ ). Así, mientras el estado fundamental es diamagnético, existe un estado excitado de baja energía que es paramagnético. A medida que la temperatura aumenta, el momento magnético también aumenta. La determinación estructural del complejo por difracción de rayos X demuestra que los dos átomos de cobre están separados por una distancia de  $2.64\text{Å}$ . Si este valor se compara con la distancia interatómica en el cobre metálico que es de  $2.56\text{Å}$ , conduce a la suposición de un enlace Cu-Cu que presenta mucha controversia.

El acetato de cobre (II) hidratado se sintetiza por una vía no tan directa, involucrando la formación de un complejo tetraamina como intermediario, la conversión del complejo tetraamina a un hidróxido precipitado, y la subsecuente reacción con ácido acético como se muestra en las reacciones sin balancear 15, 16 y 17:



Los ligandos correspondientes al solvente L se pueden remover fácilmente por calentamiento en el vacío para dar el complejo sin aducto.

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica, así como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

*Tabla 16. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Plancha calentadora con agitación magnética</li> <li>✓ Magneto pequeño</li> <li>✓ Beaker de 10 mL</li> <li>✓ Goteros</li> <li>✓ Equipo de filtración al vacío</li> <li>✓ Papel de filtro</li> <li>✓ Balanza de Evans para medir susceptibilidad magnética</li> <li>✓ Espectrofotómetro infrarrojo (4000-650 <math>\text{cm}^{-1}</math>)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Cis -<math>[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}</math> (sintetizado)<sub>(s)</sub></li> <li>✓ D-tartrato antimoni de potasio<sub>(s)</sub></li> </ul>

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

En un vaso de precipitados de 10 mL equipado con una barra de agitación magnética, disuelva 160 mg de sulfato de cobre (II) o 250 mg de sulfato de cobre (II) pentahidratado en 5.0 mL de agua. Agite la mezcla y caliéntela a 40-50 °C sobre un baño maría para ayudar a la disolución.

Usando un gotero, adicione  $\text{NH}_3$  (ac) al 50% a la solución azul tenue, tibia y en agitación, hasta que se haga evidente un color azul intenso del complejo de cobre-amoniaco,  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ . Durante esta adición, al principio se puede formar un precipitado de hidróxido de cobre, pero se disolverá al adicionar posteriormente solución de  $\text{NH}_3$  acuoso.

Agregue 80 mg de hidróxido de sodio en hojuelas a la solución de color azul profundo, y agite la mezcla durante 15-20 minutos a 55-65 °C. Durante este tiempo precipita un sólido azul claro de hidróxido de cobre (II). Deje enfriar la mezcla a temperatura ambiente y recoja el precipitado por filtración al vacío. Lave el sólido azul con tres porciones de 2 mL de agua tibia.

Transfiera el sólido  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  a un vaso de precipitados de 10 mL y disuélvalo en la cantidad mínima de ácido acético al 10 %. Ayuda al proceso de disolución el calentar sobre el baño maría con agitación. Concentre la solución cerca a sequedad (hágalo en la campana extractora) calentándola sobre el baño maría bajo una corriente lenta de nitrógeno. Recolecte los cristales azul profundo que se forman por filtración,  $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]_2$ , usando un embudo Hirsch. Seque el producto sobre un papel de filtro.

## Caracterización del Producto

Obtenga el espectro IR del producto usando el método de la pastilla de KBr. Determine el momento magnético del producto. ¿Corresponderá este momento magnético al de un complejo diamagnético o paramagnético a temperatura ambiente? Si es paramagnético, ¿cuántos electrones desapareados estarían presentes? Explique su respuesta. Determine el porcentaje de rendimiento y el punto de fusión del producto.

Nota: Guarde el producto obtenido porque será usado como material de partida en el próximo experimento.

## Preguntas

- ¿Qué indicaciones físicas, diferentes al de momento magnético, podría llevarnos a concluir que está presente un enlace metal-metal?
- A pesar de que la susceptibilidad magnética parece indicar que está presente un enlace metal-metal, la baja susceptibilidad magnética podría ser ocasionada por otras razones. Discutir con claridad este punto.
- Una de las clases más numerosas de compuestos con el enlace metal-metal corresponde a los conocidos cluster metal carbonilo (agregados metal-carbonilo). Discuta el enlace en dos miembros de esta clase.
- Los agregados metálicos se investigan activamente como modelos que puedan imitar el comportamiento de los metales en catálisis. Discuta algunos ejemplos de agregados metálicos que se han estudiado con este propósito.

## Tratamiento de residuos

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7, si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a pH=7) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre para luego diluir con agua y ser arrojado por el drenaje.

Los papeles filtro utilizados deben ser dispuestos en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J.(1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Books.
- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

# **Práctica 10:**

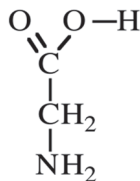
## **Preparación y caracterización de complejos cis y trans glicinato de cobre (II)**

### **Objetivos**

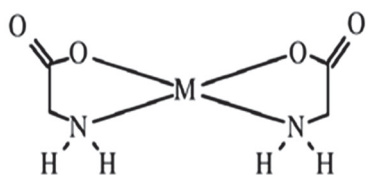
- Preparar los isómeros estructurales (cis y trans) de glicina cobre mediante la reacción directa de acetato de cobre (II) con glicina.
- Separar y caracterizar los dos isómeros por espectroscopía mediana infrarroja, cercana infrarroja y calorimetría de barrido diferencial.
- Mostrar las diferencias estructurales que se presentan entre ligandos bidentados simétricos y asimétricos y su efecto sobre el grupo puntual de la molécula.
- Ilustrar la diferencia entre estabilidad cinética y estabilidad termodinámica.

### **Introducción**

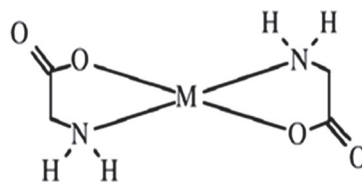
En forma semejante a la formación del ligando familiar acetilacetato (acac), el aminoácido glicina se disocia para formar un anión, gli, el cual se puede coordinar a una variedad muy amplia de complejos metálicos (Housecroft, 2012; Weller, 2014). La fórmula de la glicina se muestra a continuación:



Una diferencia muy grande entre estos dos ligandos es que el anión de la glicina no es simétrico y por esta razón se presentan isómeros estructurales dependiendo de la orientación relativa de los ligandos. A continuación se presentan las estructuras de los dos isómeros.

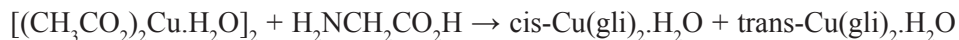


**Isómero cis**



**Isómero trans**

En este experimento se preparan los glicinatos de cobre cis y trans. La reacción directa de acetato de cobre (II) monohidrato (preparado en el experimento anterior) y glicina resulta en una mezcla en equilibrio de los dos isómeros.



El isómero cis precipita mucho más rápido que el trans, produciendo un cambio en el equilibrio alejado del isómero trans, produciendo solamente el “producto cis”. De particular interés es el hecho que el isómero cis es el producto favorecido cinéticamente, pero el isómero trans es el favorecido termodinámicamente. El isómero cis puede convertirse a isómero trans simplemente calentándolo a 180 °C durante 15 minutos.



## Ejercicios previos

- Desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar a desarrollar la guía.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica así como también anote los riesgos especiales asociados.
- Investigue en qué consiste la calorimetría de barrido diferencial y cuáles son sus usos.

## Material y reactivos

*Tabla 17. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Crisol pequeño</li> <li>✓ Beaker de 10 mL</li> <li>✓ Vidrio reloj</li> <li>✓ Plancha calentadora con agitación magnética</li> <li>✓ Barra de agitación magnética</li> <li>✓ Micropipeta 100 – 1000 <math>\mu</math>L</li> <li>✓ Gotero</li> <li>✓ Baño de agua -hielo</li> <li>✓ Embudo Hirsch y Bomba de Vacío</li> <li>✓ Papel de filtro</li> <li>✓ Horno o estufa</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Acetato de cobre(II) monohidratado <sup>(s)</sup></li> <li>✓ Glicina <sup>(s)</sup></li> <li>✓ Etanol <sup>(l)</sup></li> </ul>

Fuente: elaboración propia (2017).

## **Procedimiento experimental**

### **Síntesis de cis-bis (glicinato) cobre (II) monohidratado**

En un beaker de 10 mL que contenga una barra agitadora magnética, disuelva 100 mg de acetato de cobre monohidratado (preparado en la práctica anterior) en 1.5 mL de agua caliente desionizada. Adicione a la solución 1.0 mL de etanol caliente al 95%. Mantenga la temperatura de la solución a 70 °C.

En otro beaker de 10 mL disuelva 75 mg de glicina en 1 mL de agua caliente desionizada, agitando constantemente. Transfiera la solución de glicina (usando un gotero) a la solución de acetato de cobre, agite por unos tres minutos y deje enfriar la solución a temperatura ambiente.

Complete la precipitación del producto llevándolo a un baño maría de agua con hielo por 10 minutos. Coleccione el producto por filtración y succión usando un embudo Hirsch. Lave el producto con una porción de 100 µL de etanol enfriado en un baño de agua-hielo y seque los cristales sobre un papel de filtro (en una estufa a unos 35 o 40°C, no por mucho tiempo).

### **Síntesis de trans-bis (glicinato) cobre (II) monohidratado**

Coloque aproximadamente 35 mg del compuesto cis producido anteriormente en un crisol o material de vidrio que pueda colocar en un horno o estufa, también lo puede calentar sobre una plancha calentadora y agitadora; llévelo a una temperatura aproximada de 180 °C durante 15 minutos. Por último, remuévalo del calentamiento y déjelo enfriar a temperatura ambiente. De esta forma el producto cis ha sido convertido en el producto trans.

### **Evaluar este procedimiento y corroborarlo por IR**

Otra forma de sintetizar el compuesto trans-bis (glicinato) cobre (II) consiste en mezclar cantidades exactamente iguales de acetato de cobre (II) monohidrato y glicina en un mortero de ágata a temperatura ambiente. Muela bien la mezcla en el mortero. Transfiera la pasta a un vidrio de reloj

y déjela durante dos horas. El color de la mezcla cambiará de verde a azul claro. En dos horas, se agotarán todos los reactivos. Lave el producto con alcohol seguido de éter y seque al vacío.

## Caracterización de los productos

Obtenga el espectro infrarrojo, empleando el método de la pastilla de KBr de los productos cis y trans (Delf, 1982; Nakamoto, 2009). Si se dispone de un espectrofotómetro en la región de cercano infrarrojo (Near Infrared, NIR), prepare el material como una suspensión en Nujol. Observe las elongaciones Cu-N en la región  $450\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  y las elongaciones Cu-O en la región de  $250\text{-}350\text{ cm}^{-1}$ . También suministra valiosa información la Calorimetría de Barrido Diferencial (Differential Scanning Calorimetry, DSC) puesto que permite determinar fácilmente la temperatura de conversión de la forma cis a la trans.

## Preguntas

- Empleando los conceptos de la simetría molecular encuentre los grupos puntuales para los isómeros cis y trans.
- ¿Por qué el espectro infrarrojo del compuesto trans es mucho más visible que el del cis, especialmente en la región ( $800\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ )?
- Cuando un ligando de un ácido carboxílico es monodentado, la separación de las frecuencias de elongación simétrica y asimétrica C=O aumenta comparada con la del ácido libre. ¿Por qué?
- Busque en la literatura y determine la preparación de cuál aminoácido podría dar lugar a complejos similares que tengan isómeros geométricos.

## Tratamiento de residuos

Los residuos generados son en su mayor parte producto de la filtración los cuales deben ser recolectados debido a que en ellos podrían ir trazas del acetato de cobre monohidratado el cual es nocivo para el medio ambiente. Se recomienda entonces llevar los desechos a los recipientes de soluciones inorgánicas dispuestos por la Universidad Santiago de Cali.

## Referencias Bibliográficas

- Brisdon, A.K.(2004). *Inorganic Spectroscopic Methods*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Delf, B. W. Gillard, R. D. (1982). The preparation and characterization of the geometric isomers of a coordination complex: cis- and trans-bis-glycinato copper(II) monohydrates. *Journal of Chemical Education*, 1052-1059.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Weller, M.; Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

# **Práctica 11:**

## **Síntesis de metal acetilacetonatos, síntesis de tris (acetilacetonato) cromo (III), tris (acetilacetonato) manganeso (III) y tris (acetilacetonato) cobalto (III)**

### **Objetivos**

- Sintetizar tris (acetilacetonato) cromo (III).
- Sintetizar tris (acetilacetonato) manganeso (III).
- Sintetizar tris (acetilacetonato) cobalto (III)
- Obtener y reconocer los espectros IR de los compuesto sintetizados y compararlos entre sí.

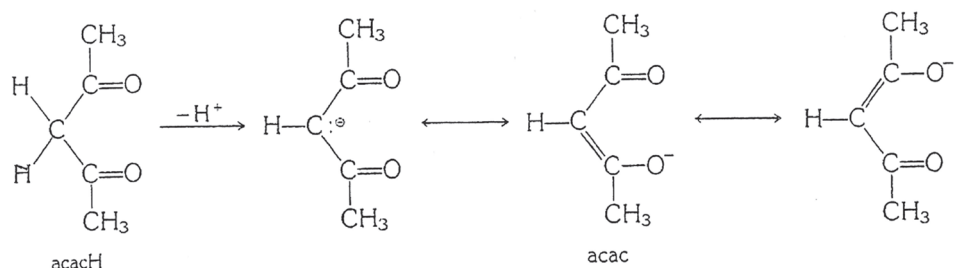
### **Introducción**

Los compuestos o complejos de coordinación (Housecroft 2012; Miessler, 2014) consisten en un átomo central rodeado por varios otros átomos, iones, o pequeñas moléculas (llamados ligandos). Hay sólo una distinción tenue entre complejos de coordinación y compuestos moleculares. La línea divisoria más común es que los complejos tienen más ligandos que el número de oxidación del átomo central. El tetra fluoruro de silicio,  $\text{SiF}_4$ , no es un compuesto de coordinación, como hay cuatro ligandos sobre Si (IV); pero  $[\text{SiF}_6]^{2-}$  sería considerado un compuesto de coordinación por

cuanto hay seis ligandos sobre Si (IV). En este experimento se sintetizan, los compuestos de coordinación tris (acetilacetionato) cromo (III), tris (acetilacetionato) manganeso (III) y tris (acetilacetionato) cobalto (III).

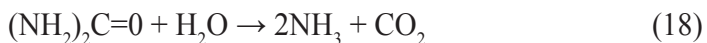
En presencia de la base, 2,4-pentanedione,  $\text{acacH}$ , fácilmente pierde un protón para formar el anión acetilacetionato,  $\text{acac}$ , como se muestra en la Figura 9.

**Figura 9. Formación del anión  $\text{acac}^-$  a partir de  $\text{acacH}$**



Fuente: Miessler, 2014.

Los átomos de hidrógeno sobre los átomos de carbono  $\alpha$  que son adyacentes al grupo carbonilo,  $\text{C}=\text{O}$ , son relativamente ácidos. Las tres formas diferentes de representación del ion acetil acetionato son llamadas formas resonantes (ellas se diferencian sólo en la posición de los electrones). En este experimento, la solución básica tuvo que quitar el protón del  $\text{acacH}$  proporcionado por la generación del amoníaco,  $\text{NH}_3$ , vía la hidrólisis de urea (ecuación 18):



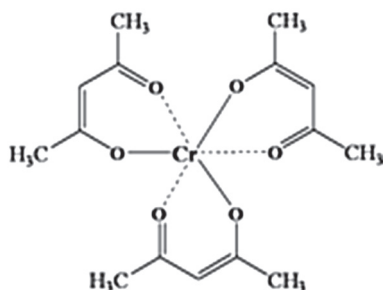
En el agua, el amoníaco actúa como base (ecuación 19):



El acetil acetionato es un ejemplo de un ligando bidentado, ya que puede unirse a un metal a través de los dos átomos de oxígeno. Ligandos de este tipo también son a menudo llamados ligandos quelatos, por lo tanto, se necesitan tres ligandos  $\text{acac}$  para completar la coordinación octaédrica sobre el ion metálico central, dando la fórmula  $[\text{M}(\text{acac})_3]^{n+}$ . La estructura

del metal de cromo (III) se muestra en la Figura 10. Los ligandos se componen de grupos orgánicos, la mayoría de los acetilacetonatos de metal son hidrófobos, e insolubles en agua.

**Figura 10. Estructura de  $Cr(acac)_3$**



Fuente: Miessler (2014).

En la parte B, se sintetiza tris (acetilacetonato) manganeso (III). El manganeso (III) es un estado de oxidación poco importante y normalmente inestable, pero se puede estabilizar en solución acuosa mediante el uso de aniones acomplejantes tales como acetato, acetilacetonato, u oxalato.

El llamado tris (acetilacetonato) manganeso (III) se prepara fácilmente a través de una reacción de oxidación-reducción de Mn (II) y Mn (VII). El compuesto es un agente oxidante moderadamente fuerte, siendo usado en las reacciones orgánicas de fenoles. Su estructura es bastante diferente del análogo de cromo preparado en la parte A.

## Ejercicios previos

- Lea las páginas apropiadas referentes a los temas de cromo (III), manganeso (III) y cobalto (III)
- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica, así como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

**Tabla 18. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Plancha de calentamiento y agitación	✓ Cloruro de cromo (III) Hexahidratado <sup>(s)</sup>
✓ Erlenmeyer de 10 mL	✓ Cloruro de manganeso (II) tetrahidratado <sup>(s)</sup>
✓ Vidrio reloj	✓ 2,4-Pentanodiona (Acetil acetona) <sup>(l)</sup>
✓ Magneto pequeño	✓ Urea <sup>(s)</sup>
✓ Pipeta graduada de 10 mL	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
✓ Micropipeta entre 100-1000 µL	✓ Éter de petróleo <sup>(l)</sup>
✓ Beaker de 20 mL y 5 mL	✓ Permanganato de potasio <sup>(s)</sup>
✓ Equipo de succión al vacío	✓ Peróxido de hidrógeno al 30%
✓ Papel filtro	✓ Acetato de sodio trihidratado <sup>(s)</sup>
✓ Gotero	✓ Carbonato de cobalto <sup>(s)</sup>
✓ Varilla de agitación	
✓ Baño de agua - hielo	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Parte A: Preparación de tris (acetilacetato) cromo (III)

En un Erlenmeyer de 10 mL equipado con un magneto pequeño, coloque 2,0 mL de agua destilada y 130 mg de cloruro de cromo (III) hexahidratado, tape y agite. Cuando el complejo de cromo esté disuelto adicione 500 mg de urea y 400 µL de acetilacetona usando la micropipeta; se usa un exceso de acacH para ayudar a que se complete la reacción.

Caliente la solución por una hora en un baño maría, preparado en un erlenmeyer de 200 mL sobre una plancha de agitación y calentamiento por 1 hora. Cuando la urea libere amoníaco y la solución se torne básica, empezarán a formarse cristales marrones en forma de costra en la superficie de la reacción.



## Aislamiento del Producto

Enfríe la solución a temperatura ambiente. Recoja los cristales por medio de filtración al vacío realizando un lavado con porciones de 200  $\mu\text{L}$  de agua destilada, seque el producto, determine el porcentaje de rendimiento y el punto de fusión del producto.

## Caracterización del producto

Obtenga el espectro IR del producto obtenido y del 2,4-pentanodiona puro. Determine el momento magnético del complejo y compárelo con el complejo de manganeso preparado en la parte B de esta guía.

## Parte B: Preparación de tris (acetilacetonato) manganeso (III)

Adicione 100 mg de cloruro de manganeso (II) tetrahidratado y 260 mg de acetato de sodio trihidratado a un Erlenmeyer de 10 mL equipado con un magneto pequeño, colóquelo sobre una plancha de calentamiento y agitación, adicione 4 mL de agua (utilice pipeta graduada), agite la mezcla para disolver todos los sólidos; cuando la disolución esté completa, adicione 400  $\mu\text{L}$  de acetilacetona con una micropipeta.

Aparte, en un beaker de 10 mL, prepare una solución de 20 mg de permanganato de potasio en 1 mL de agua destilada, adicione lentamente esta solución a la mezcla anterior con ayuda de un gotero y en agitación constante. Después de agitar por cinco minutos, adicione una segunda porción de 260 mg de acetato de sodio trihidratado disuelto en 1 mL de agua destilada usando un gotero.

*Nota: Para asegurarse que el permanganato se adicione a la mezcla en su totalidad, tome 1 mL de la solución y realice un lavado al beaker donde preparó el permanganato y devuélvalo a la solución principal usando la micropipeta.*

Caliente la mezcla en un baño maría sobre una plancha de calentamiento por diez minutos. Pasado este tiempo, enfríe la solución a temperatura ambiente.

## **Aislamiento del Producto**

Recoja los cristales de color marrón oscuro por medio de filtración al vacío, realice un lavado con 1 mL de agua destilada y déjelos secar. El producto es adecuado para caracterización sin necesidad de purificarlo. Determine el porcentaje de rendimiento y el punto de fusión del producto.

## **Caracterización del producto**

Obtenga el espectro IR del producto obtenido y del 2,4-pentanodiona puro. Determine el momento magnético del complejo y compárelo con el complejo de cromo preparado en la primera parte de esta guía.

## **Parte C: Síntesis de tris (acetilacetonato) cobalto (III)**

Pese 100 mg de carbonato de cobalto y mézclelo en un beaker con 800  $\mu$ L de acetilacetona(2,4-pentanodiona). Caliente la mezcla a 100 °C; cuando la solución alcance esta temperatura, agite vigorosamente. Seguido adicione unas gotas (3-4) de peróxido de hidrógeno. Observe la reacción y tome nota del resultado.

Enfríe la mezcla en un baño de hielo, decante y saque el sobrenadante. Seque los cristales a 100 °C y luego adicione 4 mL de éter de petróleo, vuelva a enfriar la mezcla en un baño de agua-hielo. Remueva el producto mediante filtración al vacío, seque el precipitado a 100 °C. Pese el producto final y obtenga el porcentaje de rendimiento.

## **Aislamiento del producto**

Cuando la reacción se complete el líquido debe presentar un color verde intenso con un precipitado verde. Lleve la mezcla a enfriar en un baño de hielo, decante y saque el sobrenadante. Seque los cristales a 100 °C y luego adicione 3 mL de éter de petróleo, devuelva la mezcla al baño de hielo, filtre al vacío para recolectar el producto. Seque el precipitado a 100 °C. Pese el producto final y determine el punto de fusión del producto.

## **Caracterización del producto**

Obtenga el espectro IR del producto obtenido y compárelo con el que se encuentra en la literatura.

## Preguntas

- Escriba y balancee las semi reacciones y reacciones redox en este experimento.
- El cromo tiene varios estados comunes de oxidación distintos de III. ¿Cuáles son? ¿De qué color son las soluciones de estas especies? Sugiera una forma fácil de determinar el estado de oxidación o reducción de una solución que contenga cromo.
- En acetona, el átomo de hidrógeno del alquilo es bastante difícil de eliminar en presencia de una base. En acetilacetona, sin embargo, un protón se pierde fácilmente, formando el anión acac. ¿Por qué hay diferencia entre estos dos compuestos similares?
- El manganeso (II) ( $d^5$ ) es incoloro, pero el Mn (VII) ( $d^0$ ) es violeta oscuro, explique.
- Explique por qué el Mn (II) y el Mn (VII) son usados en una proporción 4:1 en este experimento.
- La estructura de  $\text{Cr}(\text{acac})_3$  y  $\text{Mn}(\text{acac})_3$  son bastante diferentes ¿Cuál es la verdadera estructura del llamado “Acetato manganeso”?
- ¿Exponga de manera breve cómo podría hacer que esta guía fuera más eficiente en el tratamiento de residuos?
- Busque las propiedades que permiten caracterizar el compuesto sintetizado.
- Dibuje la estructura de cada complejo sintetizado y halle para cada reacción el porcentaje de rendimiento a partir del reactivo límite.

## Tratamiento de residuos

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a  $\text{pH}=7$ ) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre, diluya con agua y arrójela por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados deben ser dispuestos en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Cotton, F., & G., W. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson.
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D. & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T. (2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

## **Práctica 12:**

### **Preparación de bis-(acetilacetonato) cobre (II)**

#### **Objetivos**

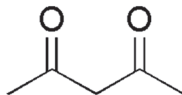
- Sintetizar bis (acetilacetonato) cobre (II).
- Caracterizar el compuesto sintetizado por espectroscopía UV-Visible e infrarroja.

#### **Introducción**

El acetilacetonato cuya forma enólica es un ácido débil con constante de disociación  $K_a=1.12 \times 10^{-8}$ , fácilmente forma sales metálicas. Los acetilacetonatos de prácticamente todos los metales de la tabla periódica han sido preparados y reportados en la literatura (Housecroft, 2012; Miessler, 2014). Estos compuestos son característicos por su inusual estabilidad térmica, volatilidad y solubilidad en líquidos orgánicos; estas propiedades han generado algunos usos propuestos para los compuestos.

La forma aniónica es un ejemplo de un ligando bidentado ya que éste puede enlazarse a la esfera de coordinación del metal por ambos átomos de oxígeno. El acetilacetonato es el representante más común de un amplio grupo de ligandos, llamados frecuentemente quelatos, su estructura iónica se muestra en la Figura 11.

**Figura11. Ion acetilacetonato**

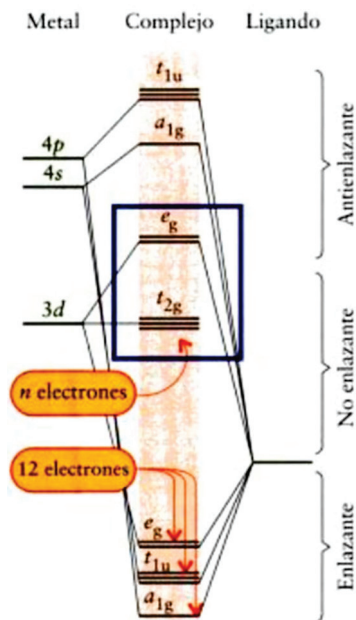


Fuente: Housecroft (2012).

El efecto Jahn-Teller, enunciado en 1937, implica una mayor repulsión de los ligandos en coordinación octaédrica sobre el eje z, que tiende a alejarlos, hasta tal punto que esos dos ligandos, en algunos casos se pierden, por ello es difícil encontrar complejos hexacoordinados del Cu (II).

El ion Cu (II) tiene una configuración electrónica  $[Ar]3d^9$ . Sabiendo que 9 orbitales son del átomo metálico y 6 son del ligando, lo que da un total de 15 orbitales moleculares de los cuales: 6 son enlazantes, 6 son antienlazantes y 3 son no enlazantes. Los 12 electrones provistos por el ligando llenan los seis orbitales de menor energía, que en su mayoría son orbitales enlazantes, los electrones del ion metálico se acomodarán en los niveles  $t_{2g}^6$  y  $e_g^3$  que están dentro del recuadro azul de la Figura 12.

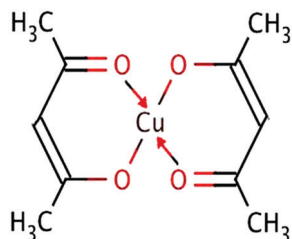
**Figura12. Diagrama de niveles de energía de los orbitales moleculares para un complejo octaédrico**



Fuente: Housecroft (2012).

El complejo bis (acac) de cobre (II) es un ejemplo de una estereoquímica cuadrado planar en donde los dos ligandos acetilacetonato y el átomo de cobre se encuentran en el mismo plano como se muestra en la Figura 13.

**Figura 13. Complejo acetilacetonato de cobre (II)**



Fuente: Housecroft (2012).

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar a desarrollar la guía.
- Investigue las fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular y anote sus precauciones al momento de manipularlos.
- Investigue y socialice en el laboratorio sobre un artículo de interés referente a la práctica.
- Escriba todas las reacciones que se llevaron a cabo en esta práctica; recuerde incluir los productos secundarios.
- Calcule el rendimiento teórico del complejo a preparar (muestre los cálculos).

## Material y reactivos

**Tabla 19. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Beaker de 10 mL	✓ Dioxano <sup>(l)</sup>
✓ Beaker de 5 mL	✓ 2,4-pentadiona <sup>(l)</sup>
✓ Erlenmeyer 5 mL	✓ Hidróxido de sodio <sup>(s)</sup>
✓ Plancha calentadora con agitación magnética	✓ Sulfato de cobre pentahidratado <sup>(s)</sup>
✓ Barra de agitación magnética	
✓ Frasco lavador	
✓ Micropipeta 100 – 1000 $\mu$ L	
✓ Embudo Hirsch y Bomba de Vacío	
✓ Papel de filtro	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

Pese 40 mg de hidróxido de sodio y diluya en 4 mL de agua, aplique un poco de calor para que la solución se homogenice rápidamente. Luego de que la solución esté lista, con agitación constante adicione 600  $\mu$ L de 2,4-pentadiona.

En otro Erlenmeyer prepare una solución de sulfato de cobre pentahidratado pesando 125 mg y diluya con 4 mL de agua.

Posteriormente mezcle la dos soluciones preparadas; para ello se debe agregar la solución de hidróxido de sodio + 2,4-pentadiona a la de sulfato de cobre pentahidratado. Esto formará una solución de color azul acerado con un precipitado. Agítela bien por unos minutos.

Lleve la solución a filtración al vacío en donde se debe haber pesado con antelación el papel filtro. Cuando filtre la solución el precipitado lávelo con 0.5 mL de dioxano.

Deje secar el papel filtro a temperatura ambiente y luego péselo nuevamente. Obtenga el espectro infrarrojo (empleando el método de la pastilla de KBr) del compuesto obtenido.



## Preguntas

- Calcule el rendimiento experimental del complejo obtenido y muestre el porcentaje de error.
- Corra un espectro IR de los compuestos preparados y compárelos con el de la 2,4-pentanodiona. (Las bandas de tensión C=C y C=O aparecen entre 1500 y 1700  $\text{cm}^{-1}$ ).
- Busque las propiedades que permiten caracterizar el compuesto sintetizado: punto de fusión, susceptibilidad magnética, espectros de masa, IR, RMN, Uv-Vis,  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ , distancias de enlace, ángulos de enlace, momento dipolares entre otras propiedades.

## Tratamiento de residuos

Los residuos generados son en su mayor parte producto de la filtración y lavado de la obtención del compuesto inorgánico, los cuales deben ser recolectados y no arrojados a los drenajes. Se recomienda llevar a cabo un tratamiento previo antes de disponer los desechos finales a los recipientes de soluciones inorgánicas o de metales pesados dispuestos por la Universidad Santiago de Cali.

Para el tratamiento de los desechos de los productos finales de las filtraciones, mida el pH y neutralice de ser necesario; posteriormente si se observa precipitado realice una nueva filtración con un papel filtro de poro más pequeño que garantice una solución libre de precipitado, con el fin de poder disponerla en su respectivo recipiente de soluciones acuosas inorgánicas.

## Referencias Bibliográficas

- Cotton, F. & Wilkinson, G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley.(Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D. & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

# **Práctica 13: Síntesis de diclorobis- (dimetilsulfóxido) cobre (II)**

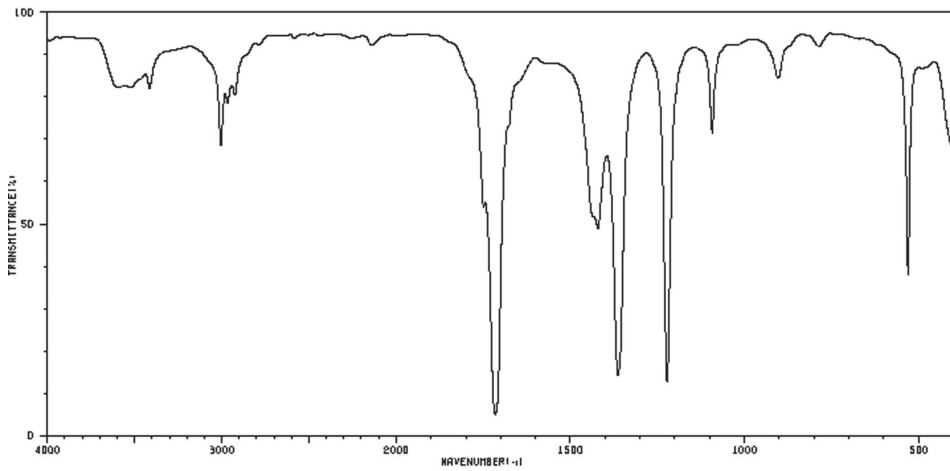
## **Objetivos**

- Conocer el comportamiento especial del ligando DMSO al coordinarse por el oxígeno o por el azufre, dependiendo de la naturaleza del metal de transición (Aplicación de la teoría de ácidos y bases duros y blandos de Pearson).
- Preparar, aislar y caracterizar por infrarrojo como medio para determinar la naturaleza del enlace metal-ligando.
- Determinar si el ligando DMSO se coordina al cobre por el oxígeno o por el azufre.

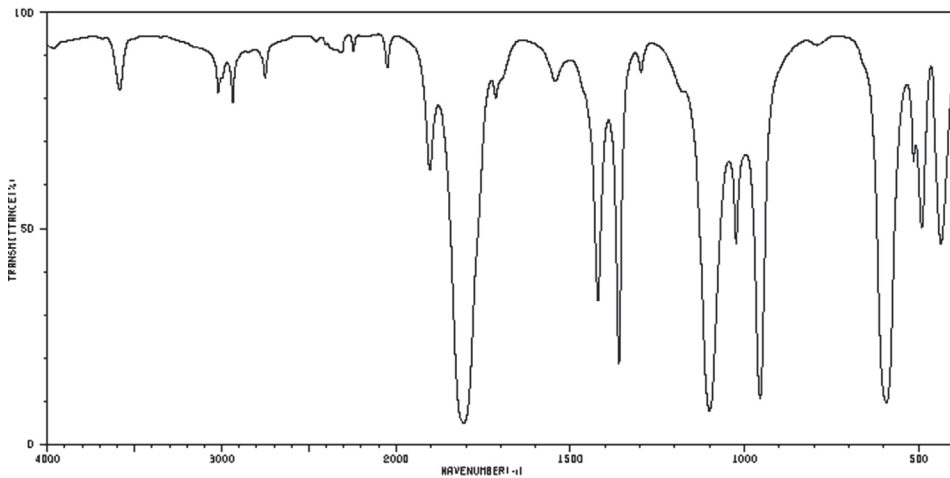
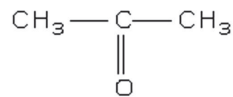
## **Introducción**

La espectroscopia infrarroja (Nakamoto, 2009; Szafran, 1991) es una herramienta valiosa para la determinación de la naturaleza del enlace en un compuesto particular. Como un ejemplo de la utilización de esta clase de espectroscopía en la determinación de la naturaleza del enlace en un compuesto, comparar los espectros IR de acetona y cloruro de acetilo que se muestran en la Figura 14.

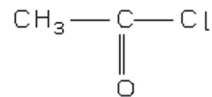
Figura 14. Espectros infrarrojos de acetona y cloruro de acetilo



3414	79	1421	47
3005	66	1363	13
2966	74	1223	12
2926	77	1093	68
1749	52	903	81
1715	4	531	36
1434	49		



3586	79	1806	4	1024	44
3020	79	1714	77	955	10
2997	81	1542	81	595	9
2937	77	1421	32	616	62
2751	81	1361	18	491	47
2051	84	1297	84	461	84
1903	60	1100	7	436	44



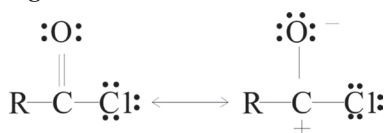
Fuente: Nakamoto (2009).

Ambos compuestos tienen un doble enlace C=O y se espera que tenga una importante absorción IR a aproximadamente 1700 cm<sup>-1</sup>. Para el cloruro de acetilo, sin embargo, el átomo de carbono podría soportar una carga positiva parcial debido a la donación de electrones al cloro electronegativo, y sería una fuente de electrones más pobre. Por consiguiente, la segunda forma de resonancia es relativamente poco importante para el cloruro de acetilo, pero sería más importante para la acetona. Por lo tanto, el orden de enlace CO es mayor en el caso de cloruro de acetilo de lo que es en el caso de acetona, y la absorbancia IR llega en una frecuencia más alta (1800 cm<sup>-1</sup>).

En este experimento, la espectroscopía de IR se utiliza para investigar el sulfóxido de dimetilo (DMSO); es estructuralmente similar a la acetona, con un azufre sustituyendo el carbono del carbonilo. La absorción normal del enlace S=O se produce a 1050 cm<sup>-1</sup>. Este valor es menor que la frecuencia C=O, ya que el enlace SO tiene una masa reducida mayor que el enlace C=O, lo que resulta en el cambio de frecuencia de vibración.

Los metales pueden unirse a DMSO ya sea a través de su oxígeno o su azufre. Si la unión es por el azufre, el metal dona electrones de sus orbitales π (el t<sub>2g</sub>) a un orbital π vacío en el ligando DMSO, aumentando así el orden de enlace S--O. Por lo tanto, si el metal está unido al DMSO por el azufre, la frecuencia de absorción de los S=O aumenta. Si la unión es por el oxígeno del DMSO, el metal forma un enlace con uno de los pares libres en el oxígeno, y de ese modo retira la densidad de electrones del oxígeno. Esto favorece la segunda forma de resonancia ya que el oxígeno debe buscar la forma de ganar electrones para compensar los electrones donados al metal. El efecto neto es que el orden de enlace S=O disminuye y la absorción aparece en la frecuencia más baja.

**Figura 15. Resonancia de la estructura química general de un cloruro de acilo**



Fuente: elaboración propia (2017).

La reacción química de la síntesis del complejo cobre-dimetilsulfóxido se muestra en la ecuación 20:



PRECAUCIÓN: Evite el contacto de DMSO con la piel o la respiración prolongada de sus vapores. Se recomienda el uso de guantes de plástico o de caucho.

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar a desarrollar la guía.
- Investigue las fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular y anote sus precauciones al momento de manipularlos.

## Material y reactivos

*Tabla 20. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos*

Material	Reactivos
✓ Beaker de 5 mL	✓ Dimetilsulfóxido <sup>(l)</sup>
✓ Plancha calentadora con agitación magnética	✓ Cloruro de cobre (II) <sup>(s)</sup>
✓ Barra de agitación magnética	✓ Etanol absoluto <sup>(l)</sup>
✓ Frasco lavador	
✓ Micropipeta 100 – 1000 µL	
✓ Embudo Hirsch y Bomba de Vacío	
✓ Papel de filtro	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

Coloque 150 mg de cloruro de cobre (II) en un beaker de 5 mL equipado con una barra magnética de agitación. Agregue 1 mL de etanol absoluto y agite hasta que se disuelva todo el cloruro de cobre (II). Agregue lentamente

250  $\mu\text{L}$  de DMSO (usar una pipeta automática). La reacción exotérmica inmediata produce un precipitado verde claro. Agite la mezcla hasta que se homogenice.

Recolecte el producto filtrándolo al vacío con ayuda de un embudo Hirsch. Lave los cristales del producto con dos porciones de 250  $\mu\text{L}$  de etanol frío. Seque el material sobre papel de filtro. Calcule el porcentaje de rendimiento y determine el punto de fusión.

Guarde un poco del producto para realizar el espectro infrarrojo y determine la posición de la banda S=O. Asigne todas las bandas importantes. Se recomienda comparar el espectro obtenido con el de DMSO puro. Determine si el DMSO se coordina por el azufre o por el oxígeno en cada caso.

## **Preguntas**

- Dibuje la posible estructura del producto formado en la reacción.
- ¿Qué elemento (oxígeno o azufre) del DMSO se coordinaría a los haluros de platino, hierro y mercurio?
- El DMSO es un solvente bipolar que disuelve fácilmente muchas sales inorgánicas. El agua es un solvente bipolar prótico que disuelve sales inorgánicas. Compare las características de solubilidad de estos dos compuestos en términos del proceso de disolución.
- ¿Por qué algunos metales se coordinan al azufre y otros al oxígeno? Revise la teoría de ácidos y bases duros y blandos de Pearson en un libro de química inorgánica (Shriver 1990).

## **Tratamiento de residuos**

Los residuos generados son muy pocos; solo el papel utilizado se dispone en el recipiente dispuesto por la Universidad Santiago de Cali y al igual, cualquier sobrenadante por parte de filtración y lavado de la obtención del compuesto inorgánico se lleva a los recipientes de disolventes orgánicos no halogenados.

## Referencias Bibliográficas

- Angelici, R. J. (1999). *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. Sausalito, California: University Science Books.
- Cotton, F. & Wilkinson G. (2002). *Química Inorgánica Básica*. México: Limusa Noriega Editores.
- Drago, R. (1992). *Physical Methods for Chemists*. Gainesville: Surfside Scientific Publishers.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York:Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D. & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.



# Práctica 14:

## Determinación de $\Delta_0$ en complejos de cromo (III)

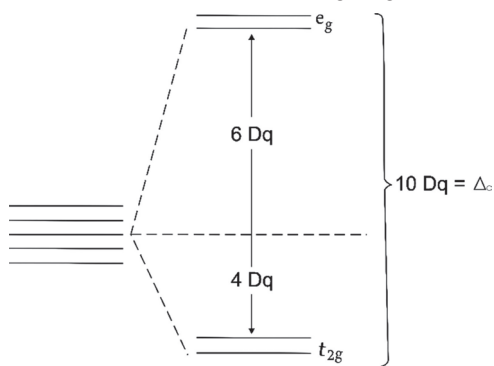
### Objetivos

- Sintetizar el complejo  $[\text{Cr}(\text{en})_3] \text{Cl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .
- Determinar el valor  $\Delta_0$  de cada compuesto y organizar los ligandos en el orden de intensidad del campo cristalino (serie espectroquímica).
- Investigar los espectros electrónicos más comunes de complejos de Cr(III). Los complejos  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  y  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}_2] \text{Cl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  son disponibles comercialmente.
- Interpretar los cambios observados en una serie de espectros de  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}_2] \text{Cl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  obtenidos durante un período prolongado de tiempo.

### Introducción

Los orbitales **d** de un ion metálico en un campo ligando o cristalino octaédrico (es decir, rodeado por un arreglo octaédrico de ligandos) se desdoblan en un conjunto de energía más alta ( $e_g^3$ ) y un conjunto de energía más baja ( $t_{2g}^6$ ), como se muestra en el siguiente diagrama de niveles de energía (Figura 16).

**Figura 16. Desdoblamiento de los cinco orbitales d en los conjuntos  $t_{2g}$  y  $e_g$**



Fuente: Housecroft (2012).

La diferencia de energía entre los niveles superior e inferior se designa como  $\Delta_0$  (desdoblamiento de campo cristalino octaédrico). En la literatura más antigua, esta diferencia de energía se conoce también como  $10 Dq$  (Housecroft, 2012; Weller, 2014).

El grado de desdoblamiento de los orbitales **d** (la magnitud de  $\Delta_0$ ) en complejos octaédricos depende de varios factores, tales como la carga sobre el metal, el estado de oxidación del metal, el tamaño del metal y la naturaleza del ligando. La situación se simplifica considerablemente teniendo en cuenta una serie de compuestos del mismo metal en un estado de oxidación determinado. La única variable importante, es la naturaleza de los ligandos unidos al metal. A partir del estudio de los espectros electrónicos de tales complejos, es posible ordenar los diversos ligandos en una secuencia de acuerdo a su capacidad de producir un desdoblamiento en los orbitales **d**. Esta serie se conoce como la **Serie Espectroquímica** y se presenta a continuación:

Haluros  $< OH^- < C_2O_4^{2-} < H_2O < NCS^- < py < NH_3 < en < phen < NO_2^- < CN^-$ , CO

Se debe enfatizar que la serie espectroquímica es solo una relación empírica y se determina a partir de datos experimentales. La magnitud de  $\Delta_0$  aumenta por un factor de aproximadamente 2 cuando se pasa de ligandos haluros a  $CN^-$  en la serie espectroquímica. Entre los ligandos comunes el anión cianuro y el ligando carbonilo tienen el campo ligando más fuerte.



a transiciones a otros estados cuarteto. Estos estados están ubicados en orden ascendente de energía, designados como  ${}^4T_2$ , (dos electrones en  $t_{2g}$ , uno en  $e_g$ ),  ${}^4T_1$ , y otro  ${}^4T_1$ , (un electrón en  $t_{2g}$ , dos en  $e_g$ ). La separación de energía entre los dos niveles de más baja energía,  ${}^4A_2$  y  ${}^4T_2$ , corresponde a  $\Delta_0$ . Esta banda será la única con la longitud de onda más larga del espectro. Por lo tanto, aunque los complejos de Cr(III) muestran espectros más complicados que los del sistema  $d^1$ , el valor de  $\Delta_0$  puede calcularse directamente a partir de la banda de longitud de onda más larga.

## Ejercicios Previos

- Lea en los textos de química inorgánica lo referente al tema de  $\Delta_0$  en complejos de Cr (III)
- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica, así como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

**Tabla 21. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Plancha de calentamiento y agitación	✓ Nitrato de cromo hexahidratado <sub>(s)</sub>
✓ Matraz de fondo redondo de 5 mL	✓ Cloruro de cromo hexahidratado <sub>(s)</sub>
✓ Micropipeta de 100 a 1000 $\mu$ L	✓ Eter <sub>(l)</sub>
✓ Embudo hirsch	✓ Etilendiamina <sub>(l)</sub>
✓ Bomba de vacío	✓ HCl 6 M <sub>(sol)</sub>
✓ Microspatula	✓ Metanol <sub>(l)</sub>
✓ Beaker de 20 mL	
✓ Baño maría	
✓ Equipo de reflujo	
✓ Pinza nuez	
✓ Pinza	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

Coloque 50 - 100 mg de Zn granular (previamente se debe lavar con HCl 6 M para eliminar cualquier ZnO superficial) y 266 mg de  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en un matraz de fondo redondo de 5 mL que contenga una barra de agitación magnética. Añada 1 mL de etilendiamina, seguido por 1 mL de metanol (use una micropipeta de Pasteur). Conecte un condensador de agua con una pinza nuez. Coloque el conjunto en un baño de agua situado en una plancha de agitación magnética caliente y caliente la mezcla, con agitación, a reflujo durante una hora.

## Aislamiento del producto

Enfríe la solución a temperatura ambiente. Recoja el producto cristalino de color amarillo mediante filtración por succión usando un embudo Hirsch. Elimine cualquier residuo de zinc sin reaccionar usando una pinza. Lave el filtro con porciones de 500 microlitros de etilendiamina al 10% en metanol hasta que los lavados sean incoloros. Siga lavando con porciones de 500 microlitros de éter y seque el producto.

## Caracterización del producto

Prepare la solución de cada complejo en el disolvente agua. La molaridad de las soluciones debe ser tal que  $I/I_0 = 0.5$  a longitud de onda de absorción máxima. Calcule el coeficiente de extinción molar,  $E$ , para cada solución utilizando la ecuación 21.

$$E = \frac{\log(I/I_0)}{cl} \quad (21)$$

Donde  $I_0$  es la intensidad de la luz incidente,  $I$  es la intensidad de la luz transmitida, la longitud de la célula ( $l$ ) es 1 cm, y  $c$  es la concentración en moles por litro.

Obtenga el espectro visible de cada una de estas soluciones por separado, conservando  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  para lo último. Corra un espectro de la solución de cloruro de cromo (III) hexahidratado cada hora durante tres horas; obtenga un espectro adicional después de 6 y 24 horas.

Para cada uno de los ocho espectros obtenidos, determine la longitud de onda más larga de máxima absorción en unidades de nanómetros (nm). Convierta las longitudes de onda que corresponden a  $\Delta_0$ , en unidades de frecuencia de centímetros recíprocos ( $\text{cm}^{-1}$ ) usando la ecuación 22:

$$\Delta_0 = \nu = \frac{1}{\lambda \text{ (nm)}} (1 \times 10^7) \text{cm}^{-1} \quad (22)$$

Otras unidades de energía para la absorción pueden obtenerse usando los siguientes factores de conversión:

$$1 \text{cm}^{-1} = 1,24 * 10^{-4} \text{eV} = 0,01196 \text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$$

Organice las diferentes ligandos en orden creciente de  $\Delta_0$ . Compare esta serie con la serie espectro química. Tabule sus datos.

## Preguntas

- ¿El orden de los ligandos obtenidos en este experimento corresponden con el orden establecido en la serie espectroquímica? Explique cualquier desviación.
- Explique los cambios en el máximo de la longitud de onda más alta para  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  con el tiempo. ¿Que reacción tiene lugar en la solución?
- Bandas débiles, con coeficiente de extinción  $\sim 1\%$  de lo normal se observan a longitud de onda larga para muchos complejos de Cr (III). ¿A qué transiciones corresponden estas bandas? ¿Por qué estas bandas son tan débiles?
- Mn (II) y Fe (III) son ejemplos de iones de metales de transición que son por lo general mucho más débilmente coloreados que los iones de metales de transición normales ¿Por qué son tan débilmente coloreados?
- A diferencia de la mayoría de los complejos de manganeso (II),  $[\text{Mn}(\text{CN})_6]^{4-}$  es altamente coloreado. ¿Por qué? (Pista: El ligando es incoloro y produce un gran desdoblamiento  $\Delta_0$ ).

## **Tratamiento de residuos**

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a pH=7) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre para luego diluir con agua y arrójela por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados deben ser dispuestos en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Miessler, G. L., & Tarr, D. (2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Wiley. (Adams, New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D., & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T. (2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.



# **Práctica 15:**

## **Características de la trifenilfosfina y sus complejos con cobalto y níquel**

### **Objetivos**

- Estudiar el carácter básico y nucleofílico del ligando trifenilfosfina,  $\text{PPh}_3$ , en la formación de complejos con los metales de transición Co y Ni.
- Hacer un estudio infrarrojo de las vibraciones metal-ligando.
- Estudiar la importancia del enlace  $d\pi-d\pi$  entre metal y ligando.
- Aprender las diferencias entre un enlace M-L ( $\sigma$ ) y M-L( $\pi$ ) en una fosfina metálica.

### **Introducción**

La trifenilfosfina,  $\text{PPh}_3$ , se sintetizó por primera vez en 1904, por Pfeiffer y Sauvage. Se utiliza ampliamente en múltiples reacciones de síntesis orgánica, por ejemplo, en la reacción de Wittig (Premio Nobel en Química en 1979) que permite sintetizar alquenos a partir de aldehídos y cetonas. También se utiliza en la reacción de Suzuki, en la de Mitsunobu y como ligando de metales de transición en polimerizaciones de olefinas (Crabtree, 2010; Lukehart, 2006).

Aunque estrictamente la trifenilfosfina de por sí no es un compuesto organometálico, forma complejos con la mayoría de los metales de transición; estos complejos se usan extensamente como material de partida para la preparación de complejos organometálicos de los metales de transición.

Las fosfinas terciarias,  $PR_3$ , son muy importantes actualmente, porque constituyen una de las pocas series de ligandos en donde las propiedades electrónicas y estéricas se pueden alterar en una forma sistemática y predecible, variando R. También tienen un poder estabilizante sobre una variedad amplia de ligandos de interés en la química organometálica, tales como los complejos fosfina  $(R_3P)_nM-L$ . En el caso de esta práctica, R es el grupo fenilo,  $C_6H_5$ .

En forma similar al  $NH_3$ , las fosfinas tienen un par solitario de electrones sobre el átomo central P, el cual puede ser donado a un metal de transición, actuando como una base de Lewis, tipo sigma. Pero a diferencia del  $NH_3$ , las fosfinas también se comportan como ácidos  $\pi$ , en un grado que depende de la naturaleza de los grupos R presentes en el ligando  $PR_3$ . Para las alquil fosfinas la acidez  $\pi$  es débil; pero los grupos arilo, dialquilamino y alcoxi son sucesivamente más efectivos en promover la acidez  $\pi$ . En el caso extremo de  $PF_3$ , la acidez  $\pi$  llega a ser tan grande como la encontrada para el ligando carbonilo CO.

En el caso del ligando CO, el orbital  $\pi^*$  acepta electrones del metal. Los orbitales  $\sigma^*$  de los enlaces P-R juegan el papel de aceptor en  $PR_3$ . Cuando los grupos R llegan a ser más electronegativos, el orbital que usa el fragmento R para enlazar al fósforo llega a ser más estable (más bajo en energía).

## Ejercicios previos

- Lea cuidadosamente la guía y desarrolle su diagrama de flujo antes de empezar la parte experimental así como también los cálculos necesarios.
- Investigue las respectivas fichas de seguridad de cada uno de los reactivos a manipular en la práctica, como también anote los riesgos especiales asociados.

## Material y reactivos

**Tabla 22. Relación de materiales, equipos y reactivos requeridos**

Material	Reactivos
✓ Equipo de filtración al vacío	✓ Trifenilfosfina <sup>(s)</sup>
✓ Plancha de agitación	✓ Cloruro de cobalto (II) <sup>(s)</sup>
✓ Magneto	✓ Cloruro de níquel (II) <sup>(s)</sup>
✓ Embudo Buchner	✓ Etanol <sup>(l)</sup>
✓ Mortero con mazo	
✓ Microespátula	
✓ Beakers de 20 y 50 mL	

Fuente: elaboración propia (2017).

## Procedimiento experimental

### Caracterización de la trifenilfosfina

Registre el espectro infrarrojo de la trifenilfosfina (empleando el método de la pastilla de KBr) en el rango de 4000-600  $\text{cm}^{-1}$ ). ¿Cuáles son las bandas más importantes del espectro?

Tome el punto de fusión del producto. ¿Coincide con el valor de las tablas de constantes físicas? Dibuje la estructura de la trifenilfosfina y las formas de enlace con un metal de transición.

### Preparación de los complejos de trifenilfosfina



La reacción se presenta en la ecuación 23

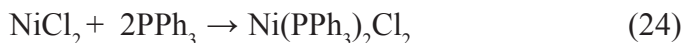


Disuelva en 4 mL de etanol, 300 mg de cloruro de cobalto (II),  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , de color rosado y finamente pulverizado, para obtener una solución de color azul. Agregue una solución de trifenilfosfina (650 mg)

en 3 mL de etanol; se produce una reacción exotérmica. Inmediatamente empiezan a separarse cristales de color azul brillante que se recogen en un embudo Büchner, se lavan con un poco de etanol antes de secarlo. Pese el producto.



La reacción se presenta en la ecuación 24:



Agite 200 mg de cloruro de níquel (II),  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , en 0,5 mL de agua y 6,5 mL de ácido acético glacial para obtener una solución de color verde pálido. Agregue con agitación, una solución de trifenilfosfina (655 mg) en ácido acético glacial (3 mL), para obtener un precipitado cristalino de color verde oscuro el cual cambia con el tiempo hacia un color negro. Filtre en un embudo Büchner y antes de secar el precipitado lávelo con unos pocos mililitros de ácido acético.

## Preguntas

- Pese cada uno de los productos obtenidos y calcule el rendimiento
- Halle el punto de fusión que se espera estar para  $[\text{Co}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2]$  cerca de  $240^\circ\text{C}$  y para  $[\text{Ni}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2]$  por encima de  $250^\circ\text{C}$  y con descomposición.
- Analice el espectro infrarrojo entre  $4000 - 600 \text{ cm}^{-1}$ . ¿Cuáles son las bandas correspondientes a la fosfina y cuáles a la vibración de Ni-Cl y Co-Cl respectivamente?
- Dibuje las estructuras de cada complejo obtenido. ¿A qué grupo de simetría pertenecen?
- El complejo  $[\text{Co}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2]$  sigue o no la regla de los 18 electrones?
- ¿Como explicaría el enlace Co- $\text{PPh}_3$  a la luz de la Teoría Orbital Molecular?

- g. Relacione los posibles isómeros de los complejos. ¿Qué método utilizaría usted para decidir el isómero?
- h. Discuta la importancia del enlace  $d\pi-d\pi$  en los complejos con trifenil fosfina.
- i. De acuerdo con la nomenclatura de la IUPAC ¿cuál es el nombre de cada compuesto?

### **Tratamiento de residuos**

Recoja los lavados en una cubeta y luego mida el pH de la solución; si la solución está muy básica acidifique hasta conseguir un pH de 7; si observa la formación de un precipitado, fíltrelo. En caso que la solución esté ácida neutralice (a  $pH=7$ ) con una base fuerte y tenga en cuenta la formación del precipitado; filtre para luego diluir con agua y arrójela por el drenaje.

Los papeles filtros utilizados deben ser dispuestos en la caneca roja como material peligroso debido a la presencia de metales.

## Referencias Bibliográficas

- Cotton, F., & Wilkinson, G. (1988). *Advanced Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Crabtree R.H. (2010). *The Organometallic Chemistry of the Transition Metals*. New York: John Wiley & Sons.
- Housecroft, C. (2012). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson Education Limited.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Lukehart, C.M. (2006). *Fundamental Transition Metal Organometallic Chemistry*. Monterrey, California: Brooks Cole Publishing Company
- Miessler, G. L., & Tarr, D.(2014). *Inorganic Chemistry*. New York: Pearson
- Nakamoto, K. (2009). *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds. Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Shriver, D. & Atkins, P.W. (1990). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.
- Weller, M. & Overton, T.(2014). *Inorganic Chemistry*. Oxford: Oxford University Press.

## **Práctica 16:**

# **Evaluación del acercamiento a la química verde de la síntesis del complejo diclorobis (dimetilsulfóxido) cobre (II) empleando la métrica estrella verde**

*Esta evaluación se hace a la síntesis realizada en la Práctica 13.*

### **Objetivos**

- Aplicar la métrica holística Estrella Verde para evaluar el verdor de la reacción de síntesis a escala micro del complejo de cobre preparado en la Práctica 13 a la luz de los principios de la Química Verde.
- Conocer cómo cambia el verdor de una reacción cuando se introducen cambios en el protocolo original mediante el cálculo del Índice de Área de Estrella Verde, IAEV.

### **Introducción**

El principal objetivo de la Química Verde (Anastas, 2000) es el diseño de productos y procesos químicos que reducen o eliminan la síntesis y uso de sustancias peligrosas y otros impactos perjudiciales para la salud humana y el medio ambiente. Desde el punto de vista académico, es esencial que los estudiantes de química adquieran una visión de la química en un contexto global de Ciencia–Tecnología–Sociedad y

se concienticen de la importancia de la Química Verde para asegurar sustentabilidad. Actualmente el uso y producción de sustancias peligrosas y la producción de enormes cantidades de residuos, son los asuntos más importantes con relación al desarrollo sostenible y que la Química Verde puede ayudar a resolver.

Los objetivos básicos de la Química Verde se fundamentan en los doce principios formulados por Anastas y Warner (Anastas, 2000): P1-Prevención; P2-Economía atómica; P3-Sustancias menos peligrosas; P4-Planificar el nivel molecular de los productos más seguros; P5-Disolventes más seguros y otras sustancias auxiliares; P6-Planificar para lograr la eficiencia energética; P7-Uso de materias primas renovables; P8-Reducción de derivatización; P9-Catalizadores; P10-Planificación de la degradación; P11-Análisis para la prevención de la contaminación en tiempo real; P12-Química inherentemente más segura como la prevención de accidentes. Éstos son los mandamientos de la Nueva Química.

Una estrategia efectiva para alcanzar la transformación de la Química a Química Verde entre los estudiantes de esta materia, consiste en el uso de procedimientos de laboratorio más verdes, especialmente en experimentos de síntesis, y su evaluación cuidadosa.

Se ha usado la métrica holística gráfica conocida como Estrella Verde, EV, (Ribeiro, 2012), para evaluar la verdosidad de reacciones de síntesis mediante la evaluación del cumplimiento de cada uno de los 12 principios de la Química Verde. También se usa para escoger el protocolo más verde entre varios posibles disponibles en la literatura y también para evaluar el cambio en verdosidad cuando se introducen mejoras en un procedimiento. En la educación química a nivel de pregrado también se han usado algunas métricas de masa, MM, de la Química Verde, particularmente el factor ambiental, intensidad de la masa, economía atómica y eficiencia relativa de la masa.

Para evaluar el grado de verdor de este tipo de reacciones, la construcción de la métrica comienza con un inventario de todas las sustancias involucradas, materias primas, productos, subproductos, solventes, catalizadores, y otros. Luego se recolecta para cada sustancia la información sobre riesgos



a la salud humana, el medio ambiente (Tabla 23) y accidentes químicos potenciales (Tabla 24), como también la información para evaluar si las sustancias son renovables y se descomponen en productos de degradación inocuos (Tabla 25). Para construir estas métricas, los riesgos de las sustancias involucradas generalmente se obtienen de las fichas de seguridad de los fabricantes de productos químicos o del Sistema Armonizado Global de Clasificación y Rotulado de Compuestos Químicos (Ribeiro, 2014).

**Tabla 23. Los riesgos para la salud humana y el medio ambiente de las sustancias implicadas teniendo en cuenta los símbolos de las frases de riesgo**

La toxicidad de las sustancias que intervienen	Símbolos de riesgo	Puntuación
La toxicidad de la salud	C - Corrosivo	3
	T - Tóxico	
	T + - Muy tóxico	
	Xi - irritante	2
	Xn - nocivo	
	No hay indicación	1
Toxicidad para el medio ambiente	No peligroso para el medio ambiente	3
	No hay indicación	1

Fuente: Ribeiro (2012).

**Tabla 24. Riesgos de accidentes de las sustancias implicadas teniendo en cuenta los símbolos de las frases de riesgo**

Riesgos de accidentes	Símbolos de riesgo	Puntuación
La toxicidad de la Salud	C - Corrosivo	3
	T - Tóxico	
	T + - Muy tóxico	
	Xi - irritante	2
	Xn - nocivo	
	No hay indicación	1
Inflamabilidad	F - fácilmente inflamable	3
	F + - extremadamente inflamable	
		No hay indicación
Reactividad	E - Explosivo	3
	El - agente oxidante	
		No hay indicación

Fuente: Ribeiro (2012).

**Tabla 25. Características de degradables y renovables de las sustancias involucradas**

Características de sustancias degradables y renovables involucrados		Puntuación
Degradables	Degradable en productos de degradación inofensivos	1
	Pueden ser tratados para la degradación y se descomponen a los productos de degradación inocuos	2
	No degradables o no pueden ser tratados para obtener la degradación de los productos de degradación inocuos	3
Renovables	Renovables	1
	No renovables	3

Fuente: Ribeiro (2012).

Para construir la Estrella Verde se usan criterios predefinidos, asignando un valor de 1 a 3, según el cumplimiento de cada principio (3 para el máximo cumplimiento y 1 para el mínimo).

En experimentos de enseñanza la Estrella Verde considera solo 10 principios por cuanto los principios P4 y P10 no incluyen la preparación de nuevos productos.

## Metodología

El esquema básico del experimento para evaluar la verdosidad y su mejoramiento en una reacción de síntesis al introducir un cambio en el protocolo tradicional establecido, consta de los siguientes pasos:

1. Prepare el caso de estudio. El protocolo de la síntesis del complejo propuesto es como sigue (Szafran, 1999): coloque 150 mg de cloruro de cobre (II) en un beaker de 5 mL equipado con una barra magnética de agitación. Agregue 1 mL de etanol absoluto y agite hasta que se disuelva todo el cloruro de cobre (II). Agregue lentamente 250  $\mu$ L de DMSO. La reacción exotérmica inmediata produce un precipitado verde claro. Agite la mezcla hasta que se homogenice. Recolecte el producto filtrándolo al vacío. Lave los cristales del producto con dos porciones de 250  $\mu$ L de etanol frío. Seque el material sobre papel de filtro. La reacción química se muestra en la ecuación 25:



2. Revise el experimento desde el punto de vista de los doce principios de la Química Verde haciendo un inventario de todas las sustancias involucradas. Luego en diferentes tablas coloque para cada sustancia la información sobre riesgos a la salud humana, el medio ambiente y accidentes químicos potenciales, como también la información para evaluar si las sustancias son renovables y se descomponen en productos de degradación inocuos.
3. Haga un análisis del grado de verdor del experimento que incluya los principios de la Química Verde, la puntuación asignada a cada principio y los criterios usados
4. En la construcción de la Estrella Verde presente los resultados en una gráfica tipo radar en Excel en donde entre mayor sea su área, más verde es la reacción o su método sintético. Luego calcule el Índice de Área de Estrella Verde, IAEV, definida como la relación área de la Estrella Verde /área de la estrella verde de máxima verdosidad, expresada como porcentaje.
5. Modifique el protocolo original cambiando alternativamente alguna condición como el solvente, la temperatura o la relación estequiométrica de los reaccionantes, buscando un procedimiento sintético más verde.
6. Para el cambio introducido construya nuevamente la Estrella Verde y calcule el IAEV.
7. Haga una discusión y análisis de los resultados.

A continuación a manera de ilustración, se dan los resultados experimentales obtenidos al escoger la Práctica 13 Titulada “Síntesis de diclorobis (dimetilsulfóxido) cobre (II)”, para hacerle un estudio de verdosidad al introducir un cambio en el protocolo. También haga una discusión de los cambios observados. Los estudiantes escogerán a cuál práctica realizada durante el semestre le harán el estudio de verdosidad aplicando la métrica de la Química Verde conocida como Estrella Verde.

## Resultados y discusión

Mediante el uso de los símbolos indicativos del Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de productos Químicos, GHS, y las fichas de seguridad, se consiguió información para los compuestos utilizados en la reacción: dimetilsulfóxido, cloruro de cobre dihidratado y etanol absoluto. Se asignó la puntuación de 1 - 3 primero para los riesgos de salud, ambiente y seguridad, Tabla 26 y luego, siguiendo los criterios definidos anteriormente para cada principio, se construyó la Tabla 27.

**Tabla 26. Puntuación para los riesgos de la salud, ambiente y seguridad de todos los reactivos involucrados en la reacción de síntesis**

Reactivos	Riesgos			
	Códigos (H...)	Salud	Ambiente	Accidente
<b>Reactivos estequiométricos</b>				
Cloruro de cobre dihidratado	H302 - H315 - H319 - H335 - H400	2	3	1
Dimetilsulfóxido PRS	No es una sustancia o mezcla peligrosa de acuerdo con el Reglamento (CE) No. 1272/2008.	1	1	1
Etanol absoluto	H225 - H319	2	1	3

Fuente: elaboración propia (2017).

**Tabla 27. Análisis del grado de verbor de las actividades del experimento**

Principio de la Química Verde	Escores	Criterio	Escores asignados
P1 – Prevención	3	Los residuos son inocuos.	2
	2	Residuos implica un riesgo moderado para la salud humana y el medio ambiente (al menos una sustancia)	
	1	Residuos implica un alto riesgo para la salud humana y el medio ambiente.	

Continuación Tabla 27.

Principio de la Química Verde	Escores	Criterio	Escores asignados
P2 – Economía Atómica	3	Reacciones sin exceso de reactivos ( $\leq 10\%$ ) y sin la formación de subproductos	3
	2	Reacciones sin exceso de reactivos ( $\leq 10\%$ ) y con la formación de subproductos	
	2	Las reacciones con el exceso de reactivos ( $> 10\%$ ) y sin la formación de subproductos	
	1	Las reacciones con el exceso de reactivos ( $> 10\%$ ) y con la formación de subproductos	
P3 – Síntesis química con menos riesgos	3	Todas las sustancias que intervienen son inocuas	2
	2	Substancias involucradas con peligro moderado para la salud humana y el medio ambiente	
	1	Substancias involucradas con alto riesgo para la salud humana y el medio ambiente	
P5 – Solventes y sustancias auxiliares más seguros	3	Los disolventes y sustancias auxiliares no se utilizan, pero si se utiliza son inocuos	2
	2	Disolventes o / y sustancias auxiliares se utilizan con peligro moderado para la salud humana y el medio ambiente.	
	1	Al menos una sustancia disolvente o auxiliar con alto riesgo para la salud humana y el medio ambiente.	
P6 – Planificar para lograr la eficiencia energética	3	Temperatura y presión ambiente	3
	2	Se necesita una presión ambiente y la temperatura entre 0 y 100 °C cuando refrigeración o calefacción	
	1	Presión diferente de la presión ambiente y / o la temperatura $> 100$ °C o menor que 0 °c	
P7 – Uso de materias primas renovables	3	Todas las materias primas son renovables.	1
	2	Al menos una materia prima es renovable, el agua no se considera.	
	1	Ninguna de las materias primas son renovables, el agua no se considera	

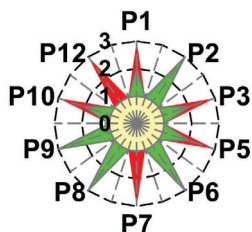
Continuación Tabla 27.

Principio de la Química Verde	Escores	Criterio	Escores asignados
P8 – Reducción de derivatización	3	No se utilizan derivatizaciones u operaciones similares	3
	2	Sólo se utiliza una derivación u otra operación similar	
	1	Se utilizan más de uno las operaciones de derivación o similares	
P9 – Uso de catalizadores	3	Los catalizadores no se utilizan y si se utiliza son inocuos	3
	2	Los catalizadores se utilizan con peligro moderado para la salud humana y el medio ambiente	
	1	Los catalizadores se utilizan con gran peligro para la salud humana y el medio ambiente	
P10 – Planificación de la degradación	3	Todas las sustancias que intervienen son degradables y se descomponen en productos inocuos	2
	2	Todas las sustancias implicadas no degradable pueden ser tratadas para hacerlas degradables a productos inocuos	
	1	Al menos una sustancia no es degradable ni puede ser tratada para que sea degradable a productos inocuos.	
P12 – Química más segura para prevenir accidentes	3	Sustancias utilizadas con un bajo riesgo de causar accidentes químicos ( teniendo en cuenta la salud y los riesgos físicos)	1
	2	Las sustancias utilizadas con peligro moderado para causar accidentes químicos ( teniendo en cuenta la salud y los riesgos físicos)	
	1	Las sustancias utilizadas con gran peligro para causar accidentes químicos ( teniendo en cuenta la salud y los riesgos físicos)	

Fuente: elaboración propia (2017).

Los valores de la Tabla 27 se muestran en la Figura 18 que corresponde a la métrica Estrella Verde. En este gráfico (empleando etanol como solvente) P6 tiene un valor de 3 y P12 un valor de 1 (alto riesgo de accidente por inflamabilidad); el valor calculado IAEV es de 60.00 (ver Tabla 28).

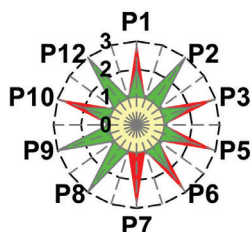
**Figura 18. EV de la síntesis Cu-DMSO**



IAEV=60.00

Fuente: elaboración propia (2017).

**Figura 19. EV de la síntesis Cu-DMSO modificada**



IAEV=65.00

Fuente: elaboración propia (2017).

En la Figura 19 (empleando agua como solvente y calentando por debajo de 100 °C) P6 tiene un valor de 2 y P12 un valor de 3. El nuevo valor de IAEV es de 65.00 (ver Tabla 29). Se ha logrado un mejoramiento de IAEV en un 5%. Esto demuestra que la síntesis reportada en la literatura se puede mejorar en su verdosidad. Al realizar un cambio en el protocolo los riesgos de accidentalidad bajaron alcanzando una puntuación de 3 en P12, pero se obtuvo una reducción en la eficiencia energética lográndose una puntuación de 2 en P6.

En las tablas 28 y 29 se muestran los valores asignados y el resultado de IAEV para las figuras 18 y 19.

**Tabla 28. Valores asignados a cada principio de la Figura 18**

Principios de la Química Verde	P1	P2	P3	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P12		
Ideal	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	
<b>Experimental</b>	2	3	2	2	3	1	3	3	2	1	1	
Inaceptable	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
<b>Cálculos:</b>											<b>Total "área"</b>	
Max "área"	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	60
"Área" EV	2	3	2	2	3	1	3	3	2	1	1	44
Min "área"	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20
											<b>IAEV</b>	<b>60.00</b>

Fuente: elaboración propia (2017).

**Tabla 29. Valores asignados a cada principio de la Figura 19**

Principios de la Química Verde	P1	P2	P3	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P12			
Ideal	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	
<b>Experimental</b>	2	1	3	1	2	1	2	1	2	1	1	3	
Inaceptable	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
<b>Cálculos:</b>												<b>Total "área"</b>	
Max "área"	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	60
"Área" EV	2	3	3	2	2	2	2	1	1	3	3	3	46
Min "área"	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	20
												<b>IAEV</b>	<b>65.00</b>

Fuente: elaboración propia (2017).

## Conclusiones

La Estrella Verde por ser una métrica holística de la Química Verde es muy útil para evaluar la verdosidad de una reacción química específica. Esta utilidad es una consecuencia de las características de la Estrella Verde: i) permite una comparación fácil de la verdosidad de diferentes alternativas de procedimientos experimentales por simple análisis visual y puede ser fácilmente expresada por un número entre 1 y 100 (Índice de Área de Estrella Verde, IAEV); ii) permite una rápida identificación, por análisis visual directo, de los aspectos que necesitan optimización para mejorar la verdosidad; y iii) es fácil de construir aunque a veces es difícil obtener toda la información necesitada relacionada con propiedades tóxicas, ambientales y de degradabilidad de los compuestos involucrados en la reacción.

La metodología propuesta en este experimento y los resultados obtenidos permiten al estudiante familiarizarse con los 12 principios de la Química Verde y evaluarla a través de la métrica Estrella Verde y ganar experiencia en aquellos aspectos que se deben cambiar para mejorar la verdosidad de las reacciones químicas.



En la evaluación de la verdosidad de una síntesis química la Estrella Verde permite identificar claramente los riesgos a la salud y ambientales, como también el nivel de peligrosidad ante un potencial accidente, lo cual genera una conciencia sobre las precauciones y controles que se deben tener en cuenta durante el desarrollo de un experimento químico.

Por simple análisis visual la Estrella Verde permite una fácil identificación de los aspectos que deben ser optimizados para mejorar la verdosidad.

## Referencias Bibliográficas

- Anastas, P.T.; Warner, J.C. (1998) *Green Chemistry: Theory and Practice*. London: Oxford University Press.
- Anastas, P.T.; Heine, L. G; Williamson, T.C (2000). *Green Chemical Syntheses and Processes*. Washington DC: American Chemical Society: Lancaster, M. (2002) *Green Chemistry An introductoryText*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.
- López, L.A., & Marín, J.F. (2016). Diseño e implementación de una guía de laboratorio de Química Inorgánica II a micro escala como contribución a la Química Verde. *Trabajo de Grado*. Universidad Santiago de Cali.
- Ribeiro, M. G.; Costa, D.A.; Machado A.A. (2010) “Green Star”: a Holistic Green Chemistry Metric for Evaluation of Teaching Laboratory Experiments. *Green Chem. Lett. Rev.*149-159.
- Ribeiro, M. G.; Machado A. (2012). Novas Metricas Holisticas Para Avaliacao da Verduras de reacoes de sintese em laboratorio. *A.S.C Quim Nova*. 1879-1883.
- Ribeiro, M. G.; Machado, A (2014).Assesing the Greenness of Chemical Reactions in the Laboratory Using Updated Holistic Graphic Metrics based on the Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals. *J. Chem.Educ.* 1901-1908.
- Szafran, Z., & Pike, R. S. (1991). *Microscale Inorganic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.

## **Acerca de los autores**

### **Guillermo Garzón García**

Químico Universidad Nacional de Colombia; M.Sc. Purdue University, Estados Unidos; Ph.D. Northwestern University, Estados Unidos; Posdoctorado Texas A&M University, Estados Unidos; Especialista en Administración de la Calidad Total y la Productividad, Universidad del Valle, Colombia. Profesor Titular y Pensionado de la Universidad del Valle. Profesor de Dedicación Exclusiva de la Facultad de Ciencias Básicas, Programa de Química, Universidad Santiago de Cali. Miembro del grupo de investigación GIEMA, Categoría B. Par Académico de Colciencias y del Ministerio de Educación Nacional. Investigador Asociado en la categoría de Colciencias. Autor del texto “Fundamentos de Química General” (1991). Serie Schaum, Editorial McGraw-Hill, México. Coautor del texto “Prácticas de Laboratorio de Química Inorgánica I” (2005). Editorial Universidad Santiago de Cali. Amplia experiencia investigativa en Síntesis Inorgánica, Química Organometálica, Química Verde y Aseguramiento de la Calidad de Productos y Procesos Químicos. Publicaciones en revistas nacionales e internacionales. Presentaciones en congresos nacionales e internacionales. Correo electrónico: ggarzon@usc.edu.co, guillermogarz@gmail.com

## **Rosemary Ochoa Bejarano (Q.E.P.D)**

Químico Universidad del Valle, Colombia. Maestría en Ciencias Químicas Universidad del Valle. Doctorado en Química Universidad Federal de Minas Gerais, Brasil. Profesor Ocasional de Tiempo Completo en la Corporación Universitaria Autónoma de Occidente, Universidad del Cauca y Universidad de Pamplona. Profesor de Dedicación Exclusiva de la Facultad de Ciencias Básicas, Programa de Química, Universidad Santiago de Cali. Miembro del grupo de investigación QUIBÍO. Actividad investigativa orientada a la síntesis y estudio estructural de complejos de antimonio (III)-Aminoácidos con aplicaciones en Bioinorgánica y Química Verde. Publicaciones en revistas nacionales e internacionales. Presentaciones en congresos nacionales e internacionales.



Este libro fue diagramado utilizando fuentes Times New Roman a 12 pts,  
en el cuerpo del texto y Bell Gothic Std en la carátula.

Se empleó papel propalibro beige de 70 grs en páginas interiores  
y propalcote de 300 grs para la carátula.

Se imprimieron 200 ejemplares

Se terminó de imprimir en Samava Ediciones E.U.  
en Popayán, en junio de 2018.