

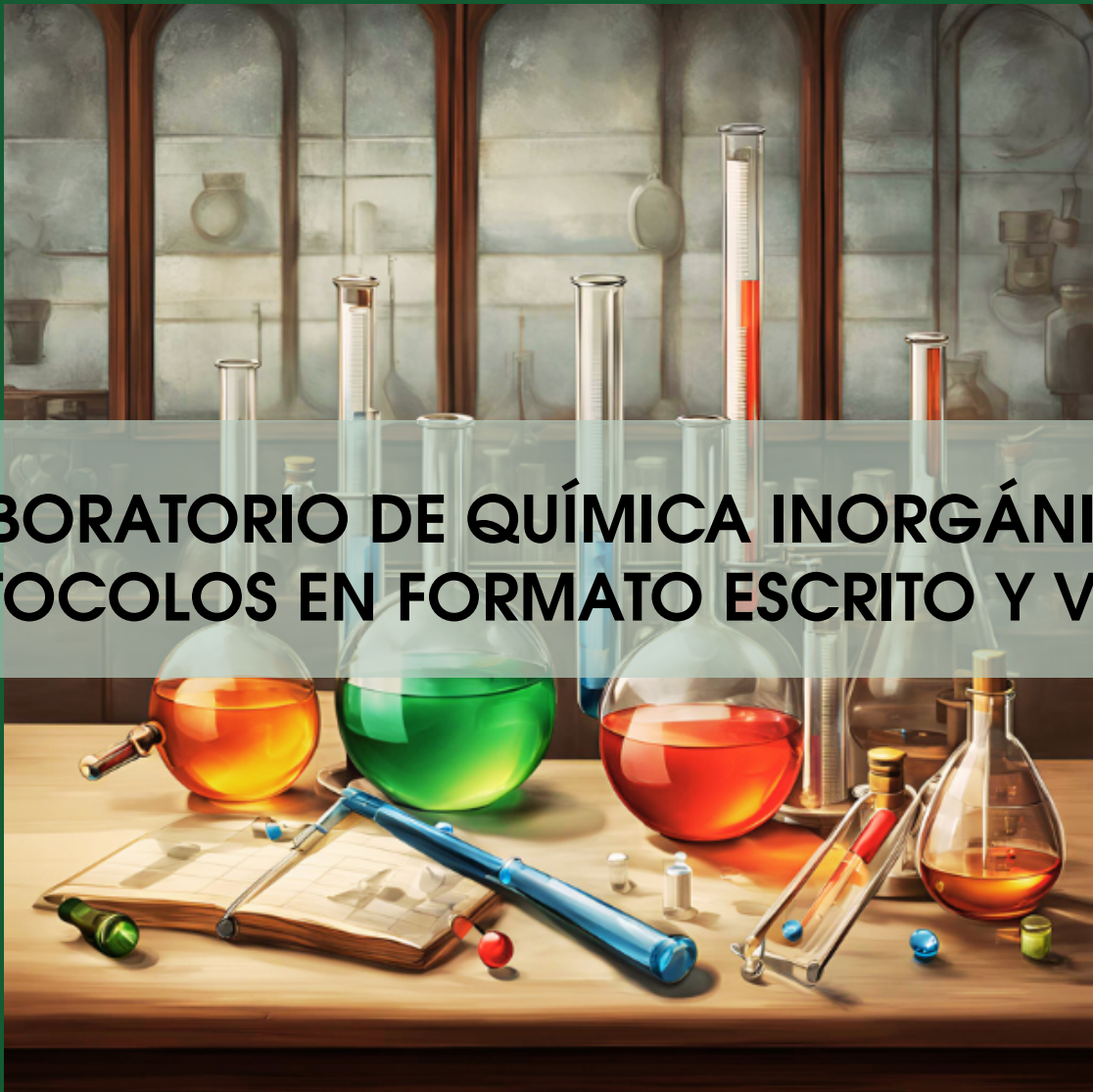


Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

Colección CBI

Manual de prácticas



LABORATORIO DE QUÍMICA INORGÁNICA PROTOCOLOS EN FORMATO ESCRITO Y VIDEO

Lucero González Sebastián
Reyna Ojeda López

LABORATORIO DE QUÍMICA INORGÁNICA PROTOCOLOS EN FORMATO ESCRITO Y VIDEO

Lucero González Sebastián
Reyna Ojeda López

Manual de prácticas



Dr. José Antonio de los Reyes Heredia
Rector General

Dra. Norma Rondero López
Secretaria General

UNIDAD IZTAPALAPA

Dra. Verónica Medina Bañuelos
Rectora de Unidad

Dr. Javier Rodríguez Lagunas
Secretario de Unidad

Dr. Román Linares Romero
Director de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería

LABORATORIO DE QUÍMICA INORGÁNICA PROTOCOLOS EN FORMATO ESCRITO Y
VIDEO, Manual de prácticas
Primera edición: 2024

© UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA-IZTAPALAPA
Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco 186, Col. Leyes de Reforma, 09310, CDMX, México

ISBN COLECCIÓN: 978-607-28-2107-1

ISBN VOLUMEN: 978-607-28-3344-9

Agradecimientos

Queremos expresar nuestro agradecimiento a la Jefatura del Departamento de Química por proporcionarnos la tecnología digital (cámaras, micrófonos, computadoras y software) que hizo posible la creación de los videos incluidos en este manual. También extendemos un agradecimiento especial a los laboratorios y auxiliares de laboratorio por su invaluable apoyo con el espacio, los reactivos y los materiales necesarios para llevar a cabo cada una de las prácticas.

Laboratorio de Docencia (T-017)

Juana Isauro Martínez

Laboratorio de Física (AT-005)

Alejandro Zamorano Hernández

Laboratorio de Ingeniería Química (T-167 y T-168)

José Antonio Correa Arévalo



Índice general

Prólogo	11
Introducción	13
Medidas de seguridad en el laboratorio	17
1 Reactividad de los metales	19
1.1 OBJETIVO	19
1.2 MATERIAL, EQUIPOS Y REACTIVOS	19
1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL	20
1.4 PARTE I	20
1.5 PARTE II	20
1.6 PARTE III	20
1.7 CUESTIONARIO	20
2 Síntesis del trioduro de nitrógeno, un compuesto explosivo	23
2.1 OBJETIVO	23
2.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	23
2.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL	23
2.4 CUESTIONARIO	24
3 Propiedades ácido-base de cationes y sus propiedades anfóteras	25
3.1 OBJETIVO	25
3.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	25
3.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL	26
3.3.1 PARTE I	26
3.3.2 PARTE II	26
3.3.3 PARTE III	27

3.3.4	PARTE IV	27
3.3.5	PARTE V	27
3.4	CUESTIONARIO	27
4	Propiedades ácido-base de los oxoaniones	29
4.1	OBJETIVO	29
4.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	29
4.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	30
4.4	CUESTIONARIO	30
5	Compuestos que exhiben quimioluminiscencia	33
5.1	Parte I. Síntesis de bis(2-(metoxycarbonil)fenil)oxalato (MCPO)	34
5.1.1	OBJETIVO	34
5.1.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	34
5.1.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	34
5.2	Parte II. Experimentos de quimioluminiscencia con MCPO y 3-aminofthalhidrazida (luminol)	34
5.2.1	OBJETIVO	34
5.2.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	35
5.2.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	35
5.3	EMISIÓN ROSA	36
5.4	EMISIÓN NARANJA INTENSA	36
5.5	EMISIÓN VERDE MODERADA	36
5.6	CUESTIONARIO	36
5.7	Experimentos opcionales	36
5.7.1	OBJETIVO	36
5.7.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	37
5.7.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	37
5.8	CUESTIONARIO	37
6	Síntesis y caracterización de compuestos de coordinación con metales del bloque d y el ligante tetradentado H₂ salen	39
6.1	Parte I. Síntesis del ligante tetradentado bis-(salicilideno)etilendiamina (H₂ salen)	39
6.1.1	OBJETIVOS	39
6.1.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	39
6.1.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	40
6.2	Parte II. Síntesis de los compuestos de coordinación con el ligante tetradentado H₂salen	40
6.2.1	OBJETIVOS	40
6.2.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	40
6.2.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	40
6.3	CUESTIONARIO	41
7	Compuestos de coordinación de Cu (II) con trifenilfosfina y fenantrolina	43
7.1	OBJETIVOS	43
7.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	43

7.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	44
7.4	CUESTIONARIO	45
8	Síntesis de Nanopartículas Magnéticas de hierro (NPM)	47
8.1	OBJETIVOS	47
8.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	48
8.3	DESARROLLO EXPERIMENTAL	48
8.4	CUESTIONARIO	48
9	Obtención de un ferrofluido	51
9.1	Propiedades de los ferrofluidos	51
9.2	OBJETIVOS	51
9.3	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	52
9.4	DESARROLLO EXPERIMENTAL	52
9.5	CUESTIONARIO	53
10	Método SOL-GEL: síntesis de BaTiO₃	55
10.1	OBJETIVO	55
10.2	MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS	55
10.3	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	56
10.4	CUESTIONARIO	56
	Anexo I	59



Lucero González Sebastián realizó la Licenciatura en Química, la Maestría en Ciencias Químicas y el Doctorado en Ciencias en la Facultad de Química de la UNAM. Realizó tres estancias posdoctorales en el Cinvestav del IPN, en el Instituto de Química de la UNAM en México y en la Universidad de Warwick en Inglaterra. Desde febrero de 2020 es profesora visitante Titular C del Departamento de Química de la UAM-I. Actualmente pertenece al Sistema Nacional de Investigadoras e Investigadores Nivel I (2015-2025). Sus principales líneas de investigación son: i) Desarrollo de sistemas catalíticos para la generación de combustibles a partir de desechos orgánicos (biomasa), y ii) Diseño y síntesis de compuestos de coordinación y organometálicos con propiedades catalíticas y anticancerígenas. Ha impartido cursos de Química Inorgánica I, II y III, Química Orgánica I, Organometálica, laboratorios de Química Inorgánica y Orgánica y Catálisis y Mecanismos de Reacción en el Posgrado de Química.



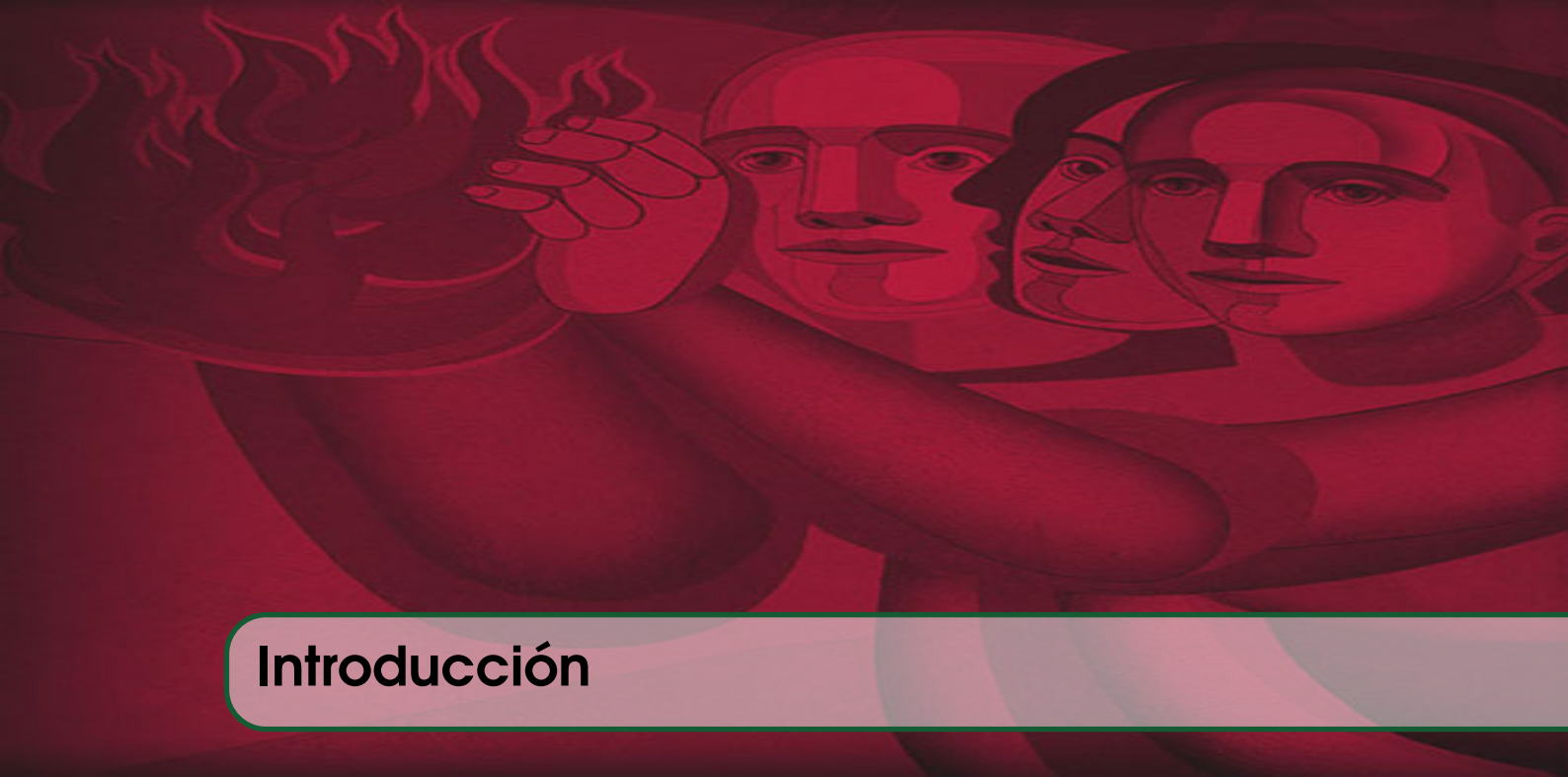
Reyna Ojeda López Ingeniera Química por el Instituto Tecnológico de Oaxaca y Maestría y Doctorado en Ciencias (Química) por la Universidad Autónoma Metropolitana – Iztapalapa. Fue profesora visitante en el área académica de Fisicoquímica de Superficies del Departamento de Química de la UAM-Iztapalapa. Actualmente pertenece al Sistema Nacional de Investigadoras e Investigadores Nivel I. Sus principales líneas de investigación son: i) síntesis y caracterización de materiales micro y mesoporosos tales como óxidos de silicio y materiales de carbono, ii) selectividad de CO_2 en mezclas $\text{CO}_2:\text{CH}_4$ y $\text{CO}_2:\text{N}_2$ y entalpía isostérica de adsorción en materiales SBA-15 funcionalizados con APTES y microfibras de carbono. Impartió cursos de Fisicoquímica I y II, Método Experimental I y Fisicoquímica General en el Posgrado de Química.



Prólogo

La crisis sanitaria provocada por la pandemia de COVID-19 ha abierto una oportunidad sin precedentes para el desarrollo de modalidades de enseñanza innovadoras. En este contexto, se han implementado diversas estrategias educativas abiertas y flexibles que fomentan la innovación en la enseñanza, la adaptación de contenidos y la proposición de actividades académicas creativas. Específicamente, las licenciaturas teórico-prácticas experimentaron un impacto significativo durante la pandemia, ya que un gran porcentaje de las prácticas experimentales fueron canceladas o reducidas. Esta situación ha planteado desafíos únicos tanto para estudiantes como para profesores, dado que la experimentación y la práctica son componentes fundamentales de la formación en campos como la química e ingeniería química, entre otros. Para ello, se han explorado alternativas y se han adaptado métodos para garantizar la continuidad de la educación y el desarrollo de habilidades prácticas, ya sea en un entorno presencial, híbrido o con limitaciones de acceso a laboratorios y espacios especializados. Específicamente, el laboratorio de Química Inorgánica en la UAM-I se imparte de forma presencial y no se pretende que sea de otra manera. Sin embargo, teniendo en cuenta que gran parte del alumnado de nuestra universidad trabaja para tener sustento día a día, y solo un pequeño porcentaje puede dedicarse a tiempo completo, en el presente manual del Laboratorio de Química Inorgánica se propone una guía compuesta por 10 prácticas experimentales en formato video, auxiliado por protocolos escritos. Su objetivo es familiarizar al alumno con los materiales, equipos, procedimientos y precauciones necesarias para trabajar en un laboratorio de química inorgánica utilizando una metodología de aprendizaje de aula invertida.

A través de este enfoque, los estudiantes pueden adquirir conocimientos del laboratorio de química inorgánica mediante videos, lo que hace que los tiempos de laboratorio sean más eficientes, interactivos y prácticos, promoviendo un aprendizaje más activo y personalizado. Además, la visualización y estudio de los videos propuestos, permitirá a los estudiantes la posibilidad de explorar el contenido a su propio ritmo y profundizar en los conceptos y técnicas utilizadas en un laboratorio, mejorando su comprensión de los procedimientos químicos con el apoyo directo del profesor durante las sesiones presenciales.



Introducción

En los últimos años, la enseñanza-aprendizaje ha experimentado cambios significativos como resultado de la pandemia que enfrentamos. Uno de los campos que se vio particularmente afectado fue el aprendizaje a través de prácticas de laboratorio, una actividad crucial que permite a los estudiantes aplicar y comprender los conocimientos teóricos adquiridos.

En el Laboratorio de Química Inorgánica (2141094), los estudiantes llevan a cabo experimentos relacionados con los conceptos teóricos adquiridos en las materias de Química Inorgánica I (2141091), Química Inorgánica II (2141092) y Química Inorgánica III (2141093). Estos experimentos tienen como objetivo aplicar técnicas comunes en la síntesis de compuestos inorgánicos, así como en su caracterización y estudio de sus propiedades químicas y físicas. Además, se emplean diversas técnicas de caracterización como espectroscopía infrarroja, difracción de rayos X de polvos, resonancia magnética nuclear de ^1H y ^{13}C , y punto de fusión. El objetivo principal de la caracterización de los productos de las prácticas 6, 8 y 10 mediante RMN y DRX es familiarizar a los alumnos con la interpretación y el análisis de los resultados obtenidos por dichas técnicas, las cuales son fundamentales en el área de investigación química experimental y se abordan teóricamente en UEAs de química inorgánica, química analítica, química orgánica, entre otras. Cabe mencionar que la caracterización de los productos mediante RMN y DRX no está contemplada para realizarse durante el horario del laboratorio. Los resultados obtenidos mediante RMN y DRX para cada uno de los productos de las prácticas citadas se encuentran en la parte de anexos y pueden ser utilizados para tal propósito.

En este proyecto, se ha desarrollado un compendio de 10 prácticas experimentales del Laboratorio de Química Inorgánica en formato audiovisual, complementado por protocolos escritos. A continuación, se describen de forma general cada una de las prácticas propuestas para el Laboratorio de Química Inorgánica, junto con el enlace a los experimentos en formato de video. Los protocolos escritos y algunos datos experimentales para una mejor comprensión de cada práctica se encuentran en el Anexo I de este material didáctico.

Práctica 1. Reactividad de los metales

En la Práctica 1 se llevan a cabo experimentos sobre el proceso de oxidación de ciertos elementos metálicos, y estos resultados se relacionan con sus propiedades periódicas. El tema de las propiedades periódicas de los elementos forma parte del contenido sintético de Química Inorgánica I

(2141091).

Link: <https://youtu.be/6kTDR05pvMo>

Práctica 2. Síntesis del triyoduro de nitrógeno, un compuesto explosivo

En la Práctica 2, se lleva a cabo la síntesis de un compuesto altamente inestable mediante la reacción entre I_2 y NH_4OH . Además, se analiza la inestabilidad de dicho producto a través del estudio de los arreglos estructurales intermoleculares en una red tridimensional reportado en la literatura, lo cual se relaciona con el tamaño de los átomos y las energías de enlace. Estos temas forman parte del contenido sintético de Química Inorgánica I (2141091).

Link: <https://youtu.be/6ef2GdnJODE>

Práctica 3. Propiedades ácido-base de cationes y sus propiedades anfóteras

En la Práctica 3, mediante diversos experimentos, se determina de forma cualitativa la acidez de los cationes metálicos y se relacionan los resultados experimentales con la carga, tamaño y electronegatividad de los cationes. Además, se estudian las propiedades anfóteras, las cuales están vinculadas con la acidez de los cationes metálicos. El tema de propiedades ácido-base anfóteras de cationes forma parte del contenido sintético de Química Inorgánica I (2141091).

Link: <https://youtu.be/1KBPBSVXd6k>

Práctica 4. Propiedades ácido-base de los oxoaniones

En la Práctica 4, se realizan experimentos con diversos oxianiones y se analiza su basicidad a través de factores como el número de átomos de oxígeno en el ion, la carga eléctrica del ion y la electronegatividad de los átomos centrales que lo componen. El tema de propiedades ácido-base de los oxoaniones forma parte del contenido sintético de Química Inorgánica I (2141091).

Link: <https://youtu.be/wteGvnAWMDs>

Práctica 5. Compuestos que exhiben quimioluminiscencia. Parte I. Síntesis de bis[2- (metoxi-carbonil)fenil]oxalato (MCPO) y Parte II. Experimentos de quimioluminiscencia con MCPO y 3-aminofthalhidrazida (luminol)

La Práctica 5 fue dividida en dos partes, en la Parte I, se lleva a cabo la síntesis de un peroxioxalato (MCPO) derivado de productos naturales como el salicilato de metilo o vainillina a través de una metodología simple. Y en la Parte II, se realizan demostraciones de reacciones quimioluminiscentes con el peroxioxalato (MCPO) y el luminol. A través de estos experimentos, se estudia el mecanismo intermolecular de intercambio electrónico de luminiscencia iniciado químicamente, el cual incluye reacciones redox. Las reacciones redox forman parte del contenido sintético de Química Inorgánica I (2141091).

Link Parte I: <https://youtu.be/FYyr55eCsjY>

Link Parte II: <https://youtu.be/JS08SUVwo08>

Práctica 6. Síntesis y caracterización de compuestos de coordinación con metales del bloque d y el ligante tetradentado H_2salen . Parte I. Síntesis del ligante tetradentado H_2salen (N,N-bis(salicilideno)etilendiamina) y Parte II. Síntesis de los compuestos de coordinación con el ligante tetradentado H_2salen

La práctica 6 también fue dividida en dos partes, en la Parte I, se lleva a cabo la síntesis del ligante tetradentado H_2salen , el cual se caracteriza mediante IR, RMN de 1H y ^{13}C , y punto de fusión. Y en la Parte II, se sintetiza un compuesto de coordinación por la reacción del ligante tetradentado H_2salen y una sal de los siguientes metales de transición: Ni, Co y Cu, el cual se caracteriza a través de IR, RMN de 1H y ^{13}C . Al final de la práctica, se realiza un análisis comparativo entre los

resultados obtenidos por IR, RMN de ^1H y ^{13}C del ligante H_2salen y del compuesto de coordinación para verificar si hubo reacción. Los mecanismos de reacción en la síntesis de compuestos de coordinación forman parte del contenido sintético de Química Inorgánica II (2141092).

Link Parte I: <https://youtu.be/hj4Kwpxi-Qw>

Link Parte II: <https://youtu.be/Ski6gaTUAmg>

Práctica 7. Compuestos de coordinación de cobre (II) con trifenilfosfina y 1,10-fenantrolina

En la Práctica 7, se evalúa la naturaleza de los ligantes para formar compuestos de coordinación de cobre, y se analizan las estructuras mediante espectroscopía infrarroja. Las teorías del enlace químico aplicadas a los compuestos de coordinación forman parte del contenido sintético de Química Inorgánica II (2141092).

Link: <https://youtu.be/eH1LoGioHd0>

Práctica 8. Síntesis de Nanopartículas Magnéticas de Hierro (NPM)

En la Práctica 8, se lleva a cabo la síntesis de nanopartículas magnéticas y su caracterización por difracción de rayos X de polvos (DRX) y espectroscopía infrarroja (IR). Las propiedades magnéticas de los sólidos y la difracción de rayos X son temas del contenido sintético de Química Inorgánica III (2141093).

Link: <https://youtu.be/vsBdLOEtQDU>

Práctica 9. Obtención de un ferrofluido

En la Práctica 9, se demuestra la versatilidad de los materiales magnéticos mediante la estabilización de nanopartículas para generar un ferrofluido magnético. Las propiedades magnéticas de los sólidos, incluyendo el ferromagnetismo, antiferromagnetismo y ferrimagnetismo, son temas del contenido sintético de Química Inorgánica III (2141093).

Link: <https://youtu.be/njN1IG7fYrU>

Práctica 10. Método SOL-GEL: síntesis de BaTiO_3

En la Práctica 10, se sintetiza el cerámico BaTiO_3 mediante el método SOL-GEL, el cual es un método versátil en la síntesis de materiales cerámicos que permite controlar la composición química y la estructura morfológica del material. La estructura del material obtenido después de calcinar a diferentes temperaturas se estudia mediante difracción de rayos X de polvos. Los métodos de síntesis y el estudio de las propiedades estructurales de los cerámicos son temas del contenido sintético de Química Inorgánica III (2141093).

Link: <https://youtu.be/Nyf8aIpLB-4>

An artistic illustration in shades of red and maroon. It features three stylized human faces in profile, looking towards the left. A hand is positioned in front of the faces, holding a flame that appears to be part of a chemical reaction or a warning symbol. The background is dark and textured.

Medidas de seguridad en el laboratorio

Reglas generales

- Usar bata.
- No fumar, no comer, ni beber en el laboratorio.
- Guardar los objetos personales en los espacios adecuados ubicados bajo la mesa de trabajo.
- Tener siempre las manos limpias y secas. Si se presenta alguna herida, cubrirla.
- No probar ni ingerir los reactivos o productos de las prácticas.
- Conocer la ubicación del botiquín.
- Mantener el área de trabajo limpia y ordenada.
- Guardar orden y disciplina durante el desarrollo de la práctica.
- Manejar con cuidado los diferentes equipos utilizados durante la realización de la práctica a desarrollar y principalmente las sustancias con las que se va a trabajar.
- En caso de producirse un accidente, quemadura o lesión, comunicarlo inmediatamente al profesor.

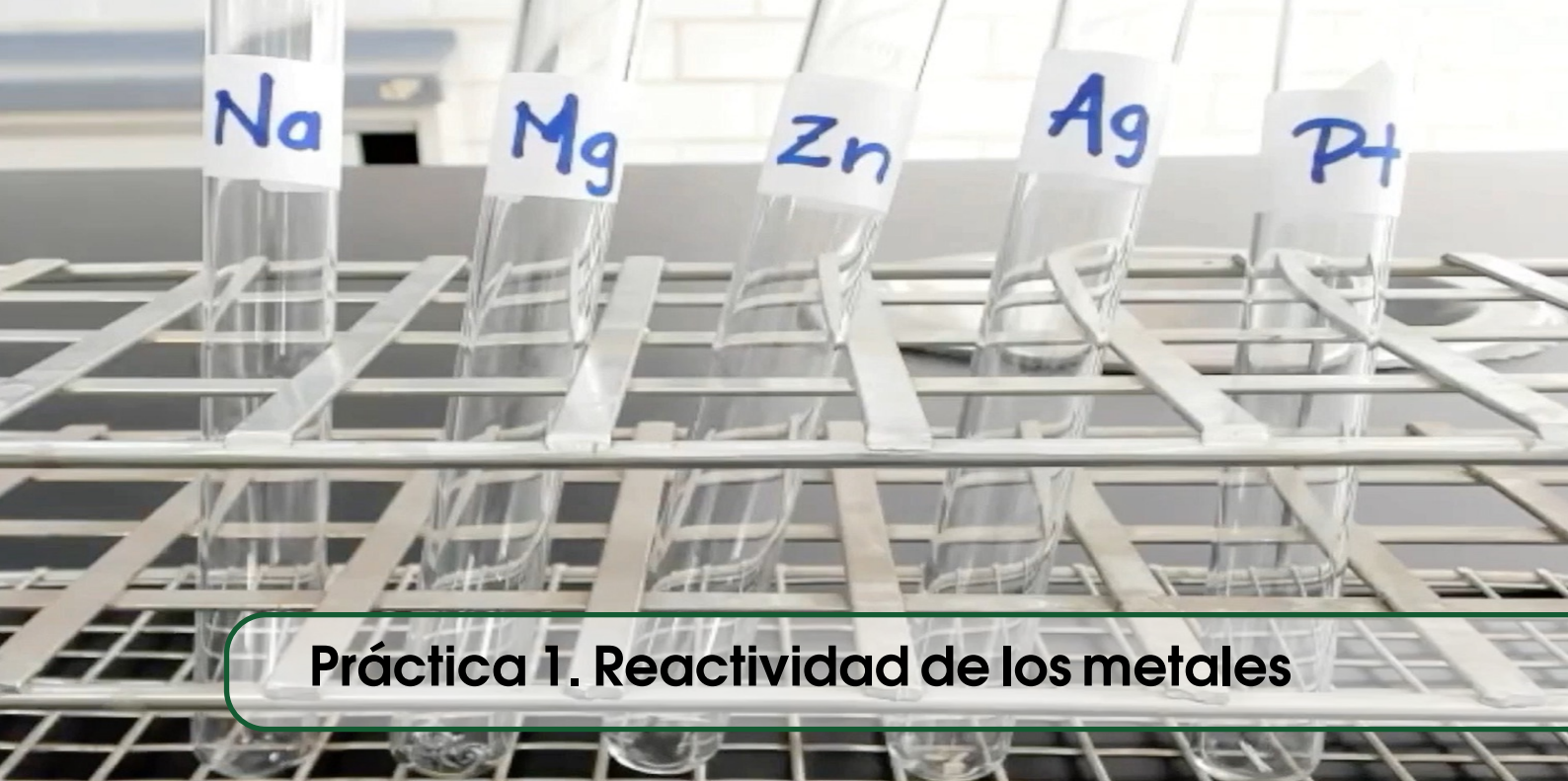
Reglas para el manejo de equipo, material y reactivos

- No utilizar ningún equipo sin conocer su uso, funcionamiento y normas de seguridad específicas.
- Manejar con especial cuidado el material frágil, especialmente, el vidrio.
- Informar al profesor del material roto o averiado.
- Observar los signos de peligrosidad que aparecen en los frascos de los productos químicos, antes de usarlos.
- Lavarse las manos con jabón después de entrar en contacto con cualquier producto químico.
- Al finalizar la práctica, limpiar y entregar el material utilizado.
- Si durante la práctica se salpican accidentalmente, lavar la zona afectada con abundante agua. Si cae alguna solución sobre la mesa de trabajo, limpiarla con agua y secarla con un paño.
- Manejar con precaución los ácidos y bases, la mayoría de ellos son corrosivos y, si caen sobre la piel o la ropa, pueden producir heridas y quemaduras importantes.
- Cuando se mezcle algún ácido con agua, vaciar un cierto porcentaje de agua previo a añadir el ácido sobre las paredes del contenedor (e.g., matraz), ya que, si primero se vierte el ácido y posteriormente el agua, éste brincaría y podría provocar quemaduras en la cara.
- Nunca dejar destapados los frascos, ni aspirar su contenido, ya que algunas sustancias líquidas (e.g., alcohol, éter, cloroformo o amoníaco) emiten vapores tóxicos.

Dentro de las reglas de seguridad, es muy importante conocer el Rombo de la Asociación Nacional de Protección contra Incendios (por sus siglas en inglés, NFPA, National Fire Protection Association), también conocido como “diamante de seguridad”. El Rombo de la NFPA proporciona información sobre los riesgos que implica la manipulación de un reactivo, clasificándolos en un intervalo de 0 a 4: el número cero representa el riesgo más bajo, mientras que cuatro el más alto. Dicho rombo aparecerá en todos los envases de los reactivos químicos con los que se trabajará en las diversas prácticas durante todo el curso.

NFPA 704 es el código que explica el “diamante o rombo de materiales peligrosos”.





Práctica 1. Reactividad de los metales

En la tabla periódica, los elementos se organizan de acuerdo con sus propiedades químicas y físicas, las cuales exhiben regularidades periódicas. Uno de los fenómenos que muestra una relación significativa con estas propiedades es la tendencia a oxidarse. La oxidación es un proceso químico en el cual un elemento o compuesto cede electrones al entrar en contacto con agentes oxidantes, como el oxígeno del aire o compuestos químicos específicos. Esta tendencia puede variar de manera predecible a lo largo de la tabla periódica. Al identificar las propiedades periódicas de los elementos que se correlacionan con su tendencia a oxidarse, podemos comprender mejor cómo y por qué ciertos elementos muestran una mayor o menor afinidad por perder electrones en reacciones químicas. La oxidación de los metales es un aspecto importante en los procesos de corrosión, los cuales pueden tener efectos adversos en la integridad estructural y la durabilidad de los materiales metálicos.

1.1 OBJETIVO

Identificar las propiedades periódicas de los elementos que muestran una variación similar a su propensión a oxidarse.

1.2 MATERIAL, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

- 8 tubos de ensaye (20 mL)
- 1 pinza para tubo de ensaye
- 1 rejilla para tubos de ensaye
- 3 vasos de precipitado de 5 mL
- 3 pipetas pasteur
- 1 vaso de precipitados de 10 mL
- 1 pipeta (1 o 5 mL)
- 1 microespátula
- 1 mechero Bunsen

Reactivos

- Un trocito de zinc, Zn
- Un trocito de sodio, Na
- Un trocito de magnesio, Mg
- Ácido clorhídrico concentrado, HCl
- Ácido nítrico, HNO₃
- Nitrato de plata, AgNO₃
- Agua destilada, H₂O
- Opcional: Un trocito de plata, Ag.
- Opcional: Un trocito de platino (se va a recuperar), Pt.
- Indicador universal

1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! En esta práctica, para poder ordenar varios metales según su tendencia a oxidarse, es necesario observar cuidadosamente si se está llevando a cabo alguna reacción, lo cual se evidencia generalmente por: i) la generación de burbujas que indican que se está produciendo un gas, ii) la formación de un precipitado, y iii) un cambio de color, entre otros indicadores.

1.4 PARTE I

1. Etiquetar 3 tubos de ensaye limpios y completamente secos con cada uno de los siguientes metales: sodio, magnesio y zinc. Opcional: Si en el inventario del laboratorio de docencia se cuenta con los metales plata y platino, también se pueden utilizar.
2. Agregar en cada uno de los tubos un trocito del metal correspondiente para probar su reactividad con respecto a su tendencia a oxidarse.
3. Añadir a cada uno de los tres tubos, con mucho cuidado aproximadamente 1.0 mL de agua destilada y observe si hay reacción y el color de los gases que se desprende.
4. En el tubo donde se observa alguna reacción, acerca rápidamente la boca del tubo a la llama del mechero y anota tus observaciones.



¡IMPORTANTE! No calientes la mezcla de reacción, sólo acerca la boca del tubo a la flama, ya que puede ser peligroso. Si hay reacción, se produce una disolución muy básica y, con el calentamiento, se puede proyectar.

5. En los tubos en los que no haya reacción con agua a temperatura ambiente, calienta suavemente con el mechero. Selecciona el o los tubos en los que observes algún cambio y toma nota del metal o metales que se trate.
6. Al tubo o tubos donde hubo reacción, añade una gota de indicador universal o mide el pH con papel indicador de pH para confirmar los productos de la reacción.

1.5 PARTE II

A cada uno de los tubos en los que no se observó reacción, deséchales el agua y agrega con cuidado unas gotas de ácido clorhídrico concentrado. Aparta el o los tubos en los que sí hubo reacción y registra tus observaciones.

1.6 PARTE III

Esta parte de la práctica es opcional si en el inventario del laboratorio de docencia se cuenta con la plata y/o platino.

1. A los metales que no han reaccionado, elimina la disolución de ácido clorhídrico que contienen y enjuagarlos muy bien con agua destilada, asegurándose de eliminar por completo los iones cloruro. Para esto, cuando consideres que los tubos están libres de cloruros, agrega un poco de agua destilada y una gota de una disolución de nitrato de plata 1.0 M.
2. Si aparece una turbidez, vuelve a lavar con agua destilada hasta que esta prueba dé negativa. Entonces, y solo entonces, agrégales 1.0 mL de ácido nítrico concentrado.

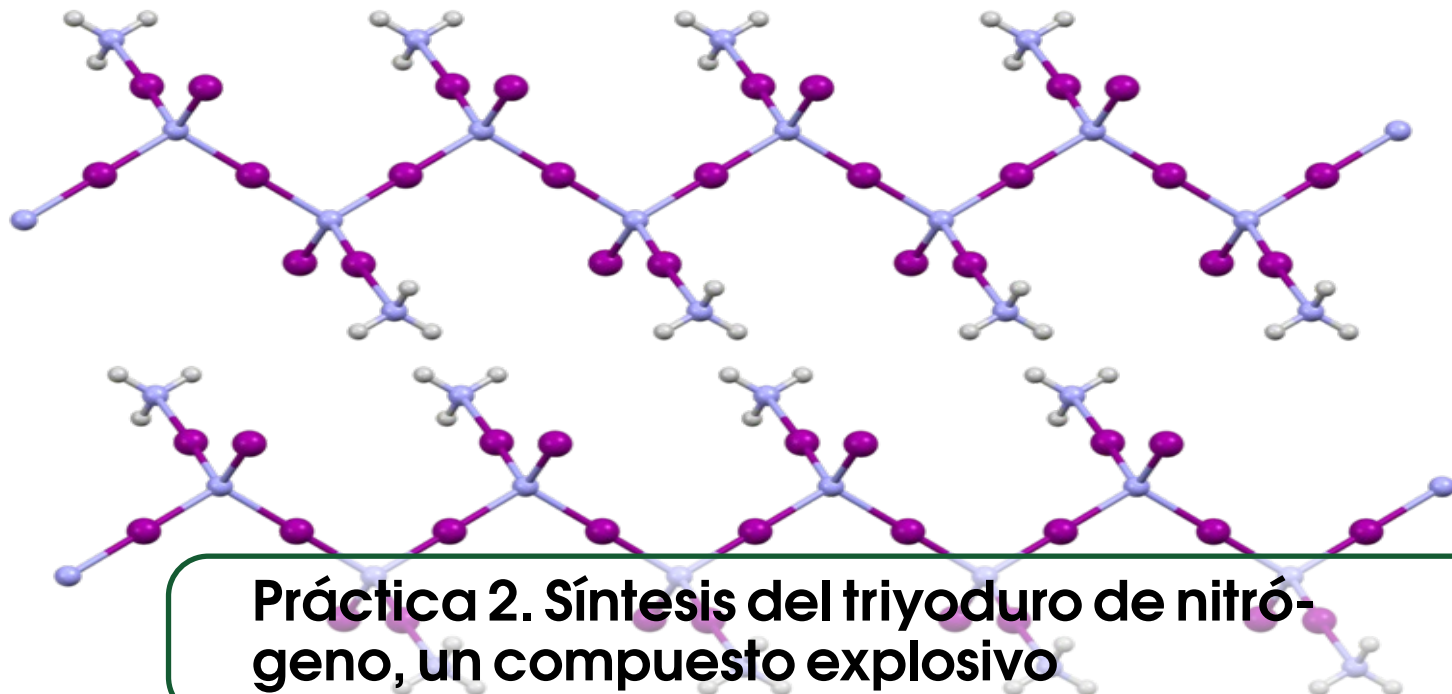
1.7 CUESTIONARIO

1. ¿Qué metal o metales reaccionan con agua a temperatura ambiente?
2. ¿Qué metal o metales reaccionan con agua a una temperatura mayor a la temperatura ambiente?
3. ¿Qué color tiene el gas que se desprendió de los metales que reaccionaron con agua?
4. Escribe completa y balanceada las ecuaciones de reacción que se llevaron a cabo entre los metales y el agua.

5. Identifica la especie oxidante en los experimentos en los que hubo reacción hasta el Paso 4, y escribe la ecuación de la reacción completa y balanceada correspondiente en este caso.
6. Identifica la especie oxidante en los experimentos en los que hubo reacción hasta en el Paso 5, y escribe la ecuación de la reacción completa y balanceada correspondiente en este caso.
7. ¿Qué color presenta el gas que se desprende en la reacción entre la plata y el ácido nítrico?
8. ¿Por qué el ácido clorhídrico no oxidó a la plata y el ácido nítrico sí?
9. Escribe completa y balanceada la ecuación de la reacción entre la plata y el ácido nítrico e identifica a la especie oxidante.
10. ¿Por qué es tan importante lavar exhaustivamente con agua destilada a los dos últimos metales antes de agregarles ácido nítrico?
11. Ordena los cinco elementos estudiados, del más fácilmente oxidable al más resistente a la oxidación.
12. Dispón a estos metales, del reductor más fuerte al reductor más débil.
13. Consulta los valores de algunas de sus propiedades periódicas (energía de ionización, electronegatividad y radio iónico); posteriormente elabora una ordenación elemental para cada propiedad, del valor más bajo al valor más alto.
14. Analiza las secuencias obtenidas a partir de las propiedades periódicas que se consideraron. ¿Cuál de estas propiedades varía igual que la tendencia a la oxidación?
15. La tendencia a la oxidación se cuantifica mediante el potencial rédox (E°). ¿Cuáles son los valores de E° para los pares M^{n+}/M° , de cada metal estudiado?

BIBLIOGRAFÍA

1. Huheey, J. E., Química Inorgánica. Principios de estructura y reactividad, 4a ed, New York, Harper / Row, 1999, pp. 614-654.
2. Kettle, Sidney Francis A., Physical Inorganic Chemistry: A coordination Chemistry Approach, Oxford, Oxford University Press, 1998, pp 186-245.
3. Purcell, K. F. and Kotz, J. C., Introduction to Inorganic Chemistry, Philadelphia, Saunders, 1980, pp. 12-35.
4. Cotton, F. A., Wilkinson, G., Murillo, Carlos A., Bochmann, M., Advanced Inorganic Chemistry, 6th ed. New York, John Wiley, 1999, pp. 189-206.



Los compuestos explosivos son sustancias químicas que tienen la capacidad de liberar grandes cantidades de energía en un corto período de tiempo cuando se descomponen o se transforman en productos más estables. Esta liberación de energía ocurre generalmente en forma de calor, luz, sonido y gases. Ejemplos comunes de explosivos incluyen el fulminato de mercurio y la azida de plomo, la dinamita, el TNT (trinitrotolueno) y el PETN (pentaeritritol tetranitrato). Otros ejemplos son los halogenuros de nitrógeno, los cuales son materiales extremadamente explosivos en los que el átomo N está unido a uno de los átomos de halógeno (Cl, Br y I). La investigación y desarrollo de compuestos explosivos son áreas críticas en la industria militar, la minería, la demolición controlada y la pirotecnia. Los avances en la comprensión de la química y la tecnología de los explosivos han llevado al desarrollo de materiales más seguros, eficientes y específicos para una amplia gama de aplicaciones industriales y militares. Sin embargo, debido a su naturaleza peligrosa, la producción, manipulación y almacenamiento de compuestos explosivos requieren un control y una regulación estricta para garantizar la seguridad de las personas y el medio ambiente.

2.1 OBJETIVO

Proponer una explicación al comportamiento explosivo de la reacción entre el I_2 y el NH_4OH .

2.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

1 vaso de precipitados de 50 mL
1 pipeta de 5 mL o 10 mL
1 propipeta
1 barra de agitación magnética
1 regla metálica
Papel filtro

Equipos

Parrilla eléctrica

Reactivos

Yodo, I_2
Hidróxido de amonio, NH_4OH

2.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! Los experimentos se deben realizar en la campana de extracción y se recomienda tomar precauciones extremas de cuidado, ya que el producto que se obtiene en el experimento de esta práctica es altamente inestable cuando se encuentra seco.

1. Pesar 200 mg de yodo en un vaso de precipitados de 50 mL, equipado con una barra de agitación magnética y colóquelo sobre una parrilla de agitación.
2. Cuidadosamente, mediante el uso de una propipeta, añadir 2 mL de NH_4OH concentrado.
3. Colocar esta mezcla en la parrilla eléctrica, agitar y calentar.
4. Después, agite y caliente la mezcla de reacción ligeramente por un tiempo de 10 a 15 min, pero no permita que se seque su medio de reacción.
5. Pasado el tiempo de reacción, extienda el sólido rojo-café húmedo que obtuvo en un papel filtro y permita que se seque durante las siguientes dos horas en la campana de extracción.



¡IMPORTANTE! El producto seco es altamente explosivo.

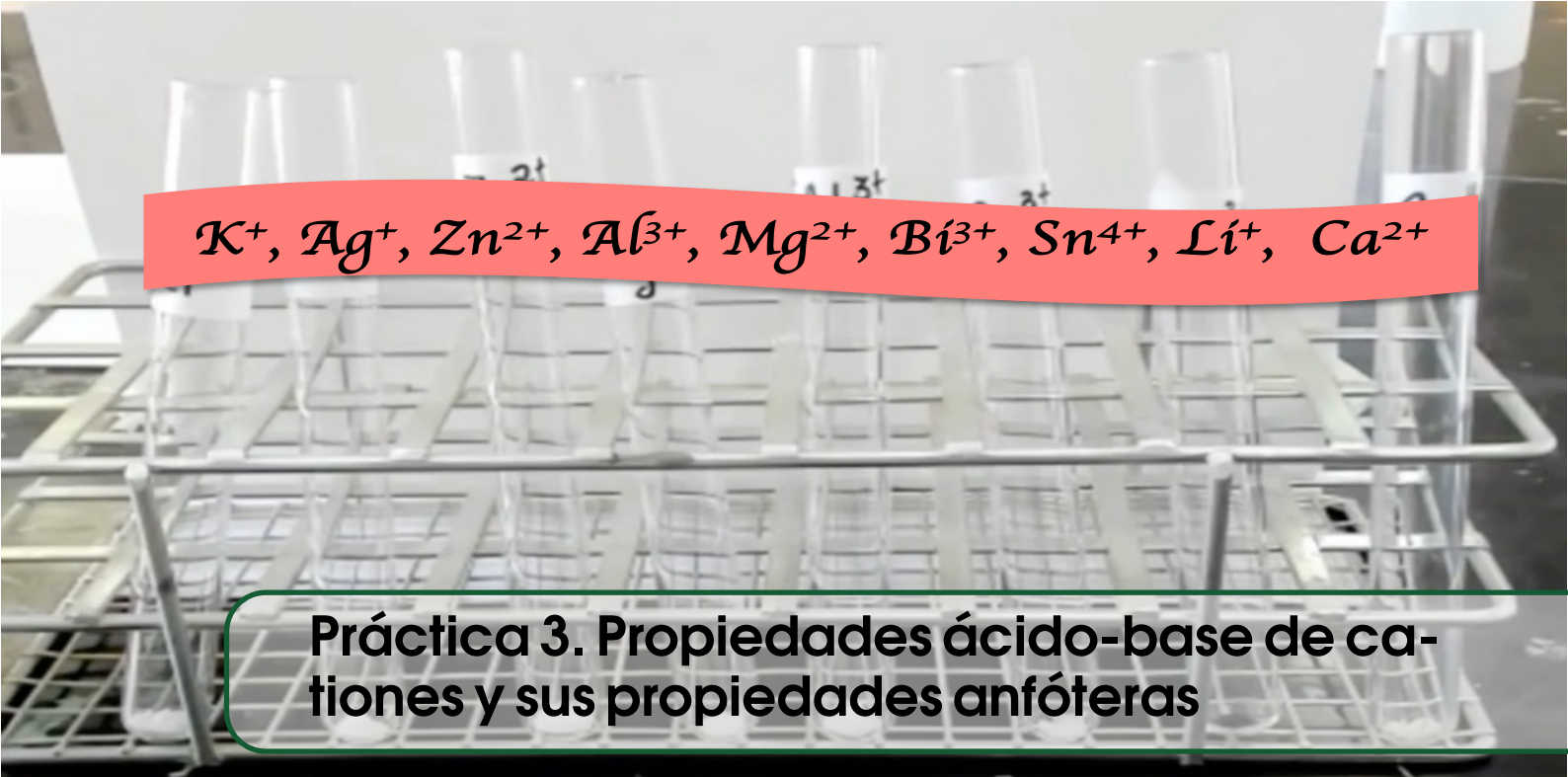
6. Después de haber secado el producto de reacción por al menos 2 h, en la campana de extracción, mientras se mantiene lo suficientemente alejado del producto seco, golpee con una regla el papel filtro con el producto de reacción (se detonará inmediatamente).
7. Anote sus observaciones sobre el desprendimiento de gases. Se propone calentar a la flama el papel filtro con los restos del producto para asegurar su detonación completa. No se debe llevar a cabo la caracterización del producto.

2.4 CUESTIONARIO

1. El producto se obtiene como un aducto. ¿Cuál es la formula química del aducto?
2. Plantee la reacción de formación del explosivo en el experimento que realizó.
3. Proponga la reacción de descomposición del producto obtenido.
4. Investigue la estabilidad relativa del producto obtenido, la cual está relacionada con su estructura del material sólido (no la molecular).
5. ¿La estabilidad relativa es suficiente para explicar por qué es posible sintetizar este compuesto termodinámicamente inestable?

BIBLIOGRAFÍA

1. Marinho G. S, Farias R. F., Journal of Molecular Structure, 2021, 1232, 130075.
2. Muhammad Y., Muhammad A. H., and Khurshid, RSC Advances, 2020, 10, 31997.
3. Cotton, F. A., Wilkinson, G., Murillo, Carlos A., Bochmann, M., Advanced Inorganic Chemistry, 6th ed. New York, John Wiley, 1999, pp. 339-366.
4. Shriver, D. F.; Atkins, P. W. Química Inorgánica; 4a. ed., McGraw-Hill: México, 2008, pp. 65-104.



K^+ , Ag^+ , Zn^{2+} , Al^{3+} , Mg^{2+} , Bi^{3+} , Sn^{4+} , Li^+ , Ca^{2+}

Práctica 3. Propiedades ácido-base de cationes y sus propiedades anfóteras

La acidez de un catión metálico se refiere a su capacidad para llevar a cabo una reacción de hidrólisis cuando se encuentra en medio acuoso, liberando protones en el medio. Esto influye directamente en su comportamiento químico y en las reacciones en las que participa. La acidez de los cationes metálicos está estrechamente relacionada con sus propiedades periódicas y su estructura electrónica. Mediante el análisis de estos aspectos, podemos comprender mejor la química de los cationes metálicos y su papel en una variedad de sistemas químicos y biológicos. Además, la acidez de los cationes metálicos también está fuertemente relacionada con sus propiedades anfóteras, es decir, su capacidad para comportarse como ácidos o bases según las condiciones del medio.

3.1 OBJETIVO

Determinar cuáles son las propiedades periódicas de un ion metálico que influyen en su fuerza ácida y relacionar esta acidez con sus propiedades anfóteras.

3.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

20 tubos de ensaye
1 rejilla
2 vasos de precipitados de 50 mL
2 vasos de precipitados de 10 mL
2 pipetas de 10 mL
1 propipeta
3 microespátulas
1 agitador de vidrio
1 frasco con gotero

Reactivos

Cloruro de litio, $LiCl$
Cloruro de potasio, KCl
Cloruro de zinc, $ZnCl_2$
Cloruro de hierro (III), $FeCl_3$
Cloruro de aluminio, $AlCl_3$
Cloruro de lantano (III), $LaCl_3$
Cloruro de estaño (II), $SnCl_2$
Cloruro de calcio (II), $CaCl_2$
Cloruro de estaño (IV), $SnCl_4$
Cloruro de magnesio (II), $MgCl_2$
Nitrato de magnesio (II), $Mg(NO_3)_2$
Hidróxido de sodio, $NaOH$
Nitrato de plata, $AgNO_3$
Nitrato de bismuto, $Bi(NO_3)_3$
Etanol, C_2H_6O
Agua desionizada, H_2O
Indicador universal

3.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

¡IMPORTANTE! Antes de iniciar con los experimentos, asegúrate de que los tubos estén limpios. Para ello, enjuagarlos muy bien con agua desionizada (es importante que sea desionizada y no destilada). Añade después a cada tubo 2.0 mL de agua desionizada y una o dos gotas de indicador universal. Si el color de los tubos no es igual (amarillo claro), desecha el contenido de todos, enjuágalos de nuevo y repite la operación hasta que observes el mismo color en todos los tubos. Este paso se repite en cada uno de los experimentos.

3.3.1 PARTE I

Realizar los experimentos como se indica a continuación:

1. A cuatro tubos con agua e indicador, agrega una punta de espátula de la sal, según indique tu profesor: K^+ , Zn^{2+} , Al^{3+} y Bi^{3+} (los aniones deben ser cloruros o nitratos, ya que estos no poseen propiedades ácido-base detectables).
2. Comparar el color de cada disolución con el patrón visual proporcionado por tu profesor y anota el pH correspondiente:

Catión	pH de la disolución
K^+	
Zn^{2+}	
Al^{3+}	
Bi^{3+}	

3. Repetir el experimento anterior utilizando ahora los cationes siguientes: Li^+ , Mg^{2+} , Cr^{3+} y Sn^{4+} . Anota tus resultados.

Catión	pH de la disolución
Li^+	
Mg^{2+}	
Cr^{3+}	
Sn^{4+}	

3.3.2 PARTE II

En este experimento determinarás el pH de precipitación de los hidróxidos de estos cationes.



Nota: Nuevamente asegúrate de que los tubos que vayas a emplear estén perfectamente limpios. Enjuagarlos varias veces con agua desionizada.

Para cada ion, procede de la siguiente manera:

1. Colocar una punta de espátula de la sal metálica correspondiente en un tubo de ensayo; agrega 2 mL de agua desionizada y agitar hasta que la sal se disuelva completamente.
2. Después, añade, gota a gota, una disolución de NaOH 1.0 M (hasta un máximo de 1 mL) y agitar después de cada adición. Dependiendo del catión metálico, después de agregar una cierta cantidad de NaOH se formará un precipitado o se observará una turbidez; agita bien el tubo. Si al agitar, desaparece la turbidez o el precipitado, añade otra gota de NaOH.
3. Repetir estas dos últimas acciones hasta que el precipitado ya no se redissuelva o la turbidez persista. Agrega entonces una gota de indicador universal y toma nota del pH de precipitación del catión.

Catión	pH de precipitación
Li^+	
K^+	
Zn^{2+}	
Mg^{2+}	
Al^{3+}	
Bi^{3+}	
Sn^{4+}	



Nota: hay algunos cationes que no precipitan como hidróxidos aun por arriba de pH= 14.

3.3.3 PARTE III

Una vez más, cuida que los tubos a utilizar se encuentren limpios y que hayan sido enjuagados con agua destilada.

1. A cada tubo agrega una punta de espátula de la sal: Li^+ , Na^+ , K^+ , Ag^+ y Hg^+ .
2. Adicionar 2.0 mL de agua desionizada y agita hasta que se disuelva completamente.
3. Posteriormente añade, gota a gota, NaOH 1.0 M, (hasta un máximo de 1 mL). Anota cuál de los iones se precipita.

3.3.4 PARTE IV

Lavar y enjuagar con agua desionizada cuatro tubos de ensaye.

1. Colocar en cada uno una punta de espátula de la sal: Sn^{2+} , Mg^{2+} y Zn^{2+} .
2. Determinar el pH de precipitación de estos cationes siguiendo los pasos de la parte II.

Catión	pH de precipitación
Sn^{2+}	
Mg^{2+}	
Zn^{2+}	

3.3.5 PARTE V

Lavar y enjuagar con agua destilada cuatro tubos de ensaye.

1. Colocar en cada uno una punta de espátula de la sal: Fe^{3+} , Cr^{3+} , Al^{3+} y Bi^{3+} .
2. Determinar el pH de precipitación de estos cationes siguiendo los pasos de la parte II.

Catión	pH de precipitación
Fe^{3+}	
Al^{3+}	
Bi^{3+}	

3.4 CUESTIONARIO

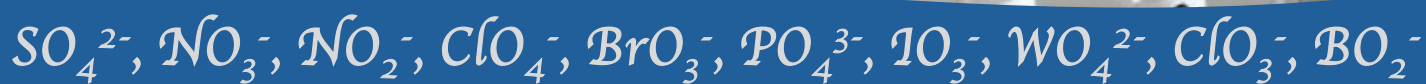
1. ¿Qué es un proceso de solvatación? Ejemplifica el esquema de solvatación con la disolución del NaCl en agua.
2. ¿Qué es una reacción de hidrólisis? Utiliza cualquier metal ácido para ejemplificar una reacción de hidrólisis.
3. Menciona cuál de estos iones: Li^+ , Na^+ , K^+ , Ag^+ , precipitó.
4. Elabora una hipótesis acerca de cuál piensas que es la propiedad que hace que sean tan distintos los iones Li^+ , K^+ , Ag^+ .
5. ¿Cómo es la acidez de los iones Ag^+ y Hg^+ en comparación con los otros cationes monovalentes (Li^+ , K^+)?
6. Relaciona la electronegatividad con el pH de precipitación y, en consecuencia, con la fuerza ácida de estos cationes: Sn^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} y Zn^{2+} .
7. ¿Cuáles son las propiedades de un ion metálico que influyen en su fuerza ácida y cómo

varía ésta en función de dichas propiedades?

8. Usando como primer criterio la carga y como segundo la electronegatividad, ordena a los siguientes cationes en orden de fuerza ácida creciente: Cr^{3+} , Al^{3+} , Li^{+} , Tl^{+} , Ce^{4+} , Ti^{4+} , Mn^{2+} , K^{+} , Ca^{2+} , Y^{3+} y Fe^{2+} .

BIBLIOGRAFÍA

1. Housecroft, C. E, Sharpe A. G., Inorganic Chemistry; Third Edition, Pearson, England, 2008, pp. 181-211.
2. Huheey, J. E.; Keiter, E. A.; Keiter, R. L., Química Inorgánica; Alfaomega: México, 2005, pp. 136-365.
3. Rayner-Canham, G., Química Inorgánica Descriptiva; Prentice Hall: México, 2000, pp. 131-152.
4. Shriver, D. F.; Atkins, P. W. Química Inorgánica; 4a. ed., McGraw-Hill: México, 2008, pp 111-143.



Práctica 4. Propiedades ácido-base de los oxoaniones

Los oxoaniones son iones poliatómicos que contienen átomos de oxígeno unidos a otro elemento, formando enlaces covalentes, por ejemplo: SO_4^{2-} , NO_3^- . La basicidad de los oxoaniones se refiere a su capacidad para aceptar protones en una disolución acuosa, lo que determina su comportamiento químico y su capacidad para actuar como bases en diversas reacciones. La basicidad de los oxoaniones está influenciada por varios factores, entre los que se incluyen el número de átomos de oxígeno en el ion, la carga eléctrica del ion y la electronegatividad de los átomos que lo componen. Por lo general, los oxoaniones con mayor número de átomos de oxígeno tienden a ser más básicos, ya que tienen una mayor capacidad para aceptar protones debido a la presencia de pares de electrones libres en los átomos de oxígeno. Además, la carga eléctrica del ion también afecta su basicidad. Los oxoaniones con carga negativa alta tienen una mayor capacidad para aceptar protones.

4.1 OBJETIVO

Determinar cuáles son las variables que influyen en la basicidad de los oxoaniones.

4.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

16 tubos de ensaye
16 tubos de ensaye
2 vasos de precipitados de 50 mL
1 vasos de precipitados de 5 o 10 mL
2 pipetas de 10 mL
1 propipeta
3 microespátulas
1 agitador de vidrio
1 rejilla

Reactivos

Nitrito de sodio, NaNO_2
Sulfito de sodio, Na_2SO_3
Metaborato de sodio, NaBO_2
Carbonato de sodio, Na_2CO_3
Nitrato de sodio, NaNO_3
Perclorato de potasio, KClO_4
Clorato de sodio, NaClO_3
Peryodato de potasio, KIO_4
Bromato de potasio, KBrO_3
Tungstato de sodio, Na_2WO_4
Yodato de potasio, KIO_3
Sulfato de potasio, K_2SO_4
Metasilicato de sodio, Na_2SiO_3

Fosfato de sodio, Na_3PO_4 Etanol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ Agua desionizada, H_2O

Indicador universal

4.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! Antes de iniciar con los experimentos, asegúrate de que los tubos estén limpios. Para ello, enjuagarlos muy bien con agua desionizada (es importante que sea desionizada y no destilada). Añade después a cada tubo 2.0 mL de agua desionizada y una o dos gotas de indicador universal. Si el color de los tubos no es igual (amarillo claro), desecha el contenido de todos, enjuágalos de nuevo y repite la operación hasta que observes el mismo color en todos los tubos. Finalmente elimina las disoluciones y enjuaga los tubos de ensaye con agua destilada. Determina cual es el pH del agua desionizada.

1. Etiquetar los tubos con cada uno de los oxoaniones proporcionados.
2. En cada tubo, coloca una punta de espátula de la sal correspondiente y añade 2.0 mL de agua.
3. Agitar hasta que las sales se disuelvan completamente y determina el pH de las disoluciones, agregando dos gotas de indicador universal.
4. Organizar cada uno de los aniones estudiados de acuerdo con la fórmula general y anota tus resultados en la siguiente tabla.

Fórmula general	Anión	pH	Anión	pH	Anión	pH	Anión	pH
EO_2^-								
EO_3^-								
EO_3^{2-}								
EO_4^-								
EO_4^{2-}								
EO_4^{3-}								

4.4 CUESTIONARIO

1. ¿Cuál fue el pH medido experimentalmente del oxoanión NO_3^- ? El resultado obtenido es coherente con lo predicho, asumiendo que el NO_3^- es la base conjugada de un ácido fuerte como el HNO_3 .
2. ¿Cuál es la influencia de la carga del oxoanión en su basicidad? Anota los ejemplos que tomas en cuenta para comparar. Establece un comportamiento general de acuerdo con lo observado.
3. ¿Cuál es el efecto del número de oxígenos del oxoanión en su basicidad? Anota los ejemplos que tomas en cuenta para comparar. Generaliza de acuerdo con lo observado.
4. ¿Cuál es la influencia de la electronegatividad del átomo central E del oxoanión en su basicidad?
5. ¿Qué relación existe entre el número de oxígenos en el oxoanión y el estado de oxidación del átomo central E con la basicidad del oxoanión?
6. Elabora una hipótesis que involucre el estado de oxidación del átomo central del oxoanión y las propiedades ácido-base de éste.
7. ¿Cuáles son las variables en un oxoanión que influyen en su basicidad y en qué forma?

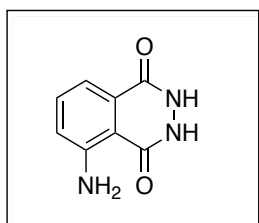
BIBLIOGRAFÍA

1. Huheey, J. E., Química Inorgánica. Principios de estructura y reactividad, 4a ed, New York, Harper / Row, 1999, pp. 136-365.

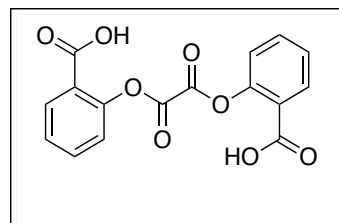
2. Housecroft, C. E, Sharpe A. G., Inorganic Chemistry; Third Edition, Pearson, England, 2008, pp. 181-211.
3. Rayner-Canham, G., Química Inorgánica Descriptiva; Prentice Hall: México, 2000, pp. 131-152.
4. Shriver, D. F.; Atkins, P. W. Química Inorgánica; 4a. ed., McGraw-Hill: México, 2008, pp 111-143.
5. Miessler, Gary L., Tarr, Donald, A., Inorganic Chemistry, 2nd ed. Upper Sadle River, Prentice-Hall, 1999, pp. 169-214.

Práctica 5. Compuestos que exhiben quimioluminiscencia

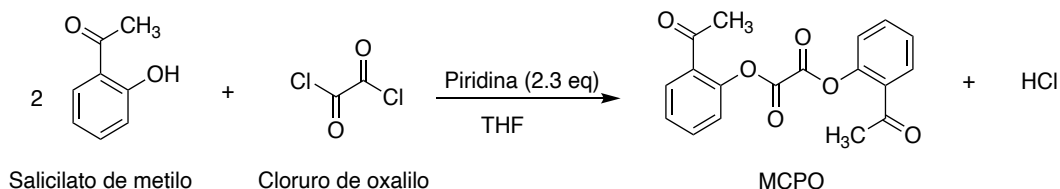
La luminiscencia es un fenómeno óptico que abarca una amplia gama de procesos en los cuales los materiales emiten luz sin la necesidad de calor visible. La capacidad de ciertos materiales para absorber y luego liberar energía en forma de luz ha dado lugar a una variedad de efectos luminosos, como la fluorescencia, la fosforescencia y la bioluminiscencia, cada uno con sus propias características y aplicaciones únicas. Cuando la emisión luminosa acompaña a una reacción química se le llama quimioluminiscencia. La quimioluminiscencia es un fenómeno que involucra la emisión de luz como resultado de una reacción química. Este proceso, que ocurre a nivel molecular, ha encontrado aplicaciones en diversos campos, que van desde la biología, la exploración espacial, la investigación biomédica, hasta la industria y la investigación forense. Por ejemplo, los sistemas de peroxioxalato (MCPO y sus derivados) se caracterizan por su alta eficiencia de rendimiento cuántico, en los que se requiere un fluoróforo específico para generar luz y evitar la pérdida de energía en forma de calor. Así, la reacción del H_2O_2 y los derivados del peroxioxalato produce un intermediario altamente energizado, que posteriormente puede transferir su energía al fluoróforo mediante un proceso de intercambio de electrones por luminiscencia iniciado químicamente. El luminol es otro compuesto que se utiliza en reacciones quimioluminiscentes.



Luminol



bis[2-(metoxycarbonil)fenil]oxalato
MCPO



5.1 Parte I. Síntesis de bis(2-(metoxycarbonil)fenil)oxalato (MCPO)

5.1.1 OBJETIVO

Sintetizar el compuesto bis[2-(metoxycarbonil)fenil]oxalato (MCPO), capaz de generar un intermedio luminoso mediante una reacción química.

5.1.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

1 matraz de fondo redondo de 50 o 100 mL
1 jeringa por equipo
2 pipeta pasteur
1 pipeta de 5 mL
1 propipeta
1 cristizador de 150 mL
1 agitador magnético
1 soporte universal y 1 pinza de tres dedos
1 matraz kitasato de 250 mL
1 embudo Büchner
1 microespátula
2 vasos de precipitados de 50 mL
Hielo

Equipos

1 parrilla eléctrica
Bomba de vacío
Estufa u horno
Equipo para determinar punto de fusión

Reactivos

Cloruro de oxalilo, $C_2O_2Cl_2$
Salicilato de metilo, $C_8H_8O_3$
Piridina, C_5H_5N
Tetrahidrofurano (THF), C_4H_8O
Agua desionizada, H_2O

5.1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! Esta reacción debe realizarse dentro de una campana de extracción.

1. En un matraz de fondo redondo equipado con barra de agitación magnética se agregan 1.5 g (2.0 eq) de salicilato de metilo o vainillina, 2.3 eq de piridina y 20 mL de THF.
2. La mezcla de reacción se enfría (el matraz se sumerge en un baño de hielo) y se añade gota a gota con jeringa o pipeta 1.0 eq de cloruro de oxalilo. El tiempo que debe transcurrir durante la adición es de unos 15 minutos.



Nota: el cloruro de oxalilo reacciona con el agua del aire y desprende una gran cantidad de vapores.

3. Cuando ya se ha añadido todo el cloruro de oxalilo se retira el baño de enfriamiento y la mezcla se deja reaccionando por 60 minutos a temperatura ambiente.
4. Acabado el tiempo de reacción se añaden 20 mL de agua destilada fría y se mantiene en agitación durante otros 15 minutos. Nota: en este punto debe aparecer un precipitado en el fondo del matraz, este es el MCPO.
5. El producto (sólido blanco) se filtra a vacío, se hacen pequeños lavados con agua destilada fría, no más de 15 mL.
6. Finalmente, el producto se seca en un horno a 80 °C.
7. Cuando el producto esté seco se debe determinar el punto de fusión.

5.2 Parte II. Experimentos de quimioluminiscencia con MCPO y 3-aminofthalhidrazida (luminol)

5.2.1 OBJETIVO

Comprender la luminiscencia a través de experimentos de quimioluminiscencia con la 3-aminofthalhidracida (luminol) y el bis[2-(metoxycarbonil)fenil]oxalato (MCPO) en presencia de pigmentos fluorescentes.

5.2.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Material

1 matraz Erlenmeyer de 125 mL
1 matraz Erlenmeyer de 250 mL
1 pipeta graduada de 5 mL
1 pipeta graduada de 1 mL
4 matraces aforados de 50 mL (por grupo)
1 probeta de 50 mL
4 viales
2 pipetas pasteur
1 microespátula
2 tubos de ensaye grandes
5 tubos de ensaye medianos

Equipos

1 parrilla de agitación
Equipo Fisher

Reactivos

MCPO (obtenido en el experimento anterior)
Luminol, $C_8H_7N_3O_2$
Acetato de sodio, $C_2H_3NaO_2$
Hidróxidos de sodio, NaOH
Hidróxido de potasio, KOH
Ácido acético, CH_3COOH
Dimetilsulfóxido, CH_3SOCH_3
Ferricianuro de potasio, $K_3Fe(CN)_6$
Peróxido de hidrogeno, H_2O_2
Ácido clorhídrico, HCl
Pigmentos:
Fluoresceína, $C_{20}H_{12}O_5$
Fenoltaleína, $C_{20}H_{14}O_4$
2,1,3-Benzotiadiazol, $C_6H_4N_2S$

5.2.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Experimentos con luminol

1. Con hidróxido de potasio.
 - a) En un matraz Erlenmeyer de 125 mL se colocan 2.0 g de hidróxido de potasio, 10 mL de dimetilsulfóxido y 0.1 g de luminol.
 - b) En un cuarto oscuro, se tapa el matraz y se agita vigorosamente para observar el color azul que emite la mezcla.
 - c) Cuando la luz emitida decrece se quita el tapón, se deja ventilar y se vuelve a tapar, observando lo que sucede. El proceso se repite varias veces, hasta que la emisión disminuye.
2. Con ferricianuro de potasio, agua oxigenada e hidróxido de sodio.
 - a) Disolver 0.15 g de luminol en 5 mL de una disolución con 10 % de hidróxido de sodio y 45 mL de agua.
 - b) Preparar una segunda disolución con 15 mL de ferricianuro de potasio al 3 %, 15 mL de agua oxigenada al 3 % y 70 mL de agua.
 - c) Después se diluyen 15 mL de la primera dilución con 85 mL de la segunda (de preferencia en un cuarto oscuro).
 - d) Agitar el contenido y, para aumentar la intensidad de la luminiscencia, se adiciona más disolución de hidróxido de sodio y se observa el color y la intensidad de la luz emitida.

2. Experimentos con MCPO

1. Para comenzar con la reacción, en un vial se pesan acetato de sodio, componente fluorescente y MCPO.
2. Añadir disolvente hasta aproximadamente $\frac{3}{4}$ del vial, se agita para disolver, finalmente se añaden de 3 a 5 gotas de peróxido de hidrógeno y se agita nuevamente.



¡IMPORTANTE! Posterior a la última agitación se debe observar la emisión de luz. El acetato de sodio funciona para mantener básica la solución, también puede usarse alguna otra base. Las cantidades de reactivos y disolvente a escoger pueden ser muy variados, la intensidad y duración en la emisión de luz depende de qué tan bien se puede homogeneizar y disolver la mezcla, a continuación, se presentan algunas cantidades que demostraron funcionar.

5.3 EMISIÓN ROSA

En un vial coloca:

20 mg de acetato de sodio
5 mg de rodamina B (componente fluorescente)
50 mg de MCPO
THF como disolvente
5 o 6 gotas de peróxido de hidrógeno

5.4 EMISIÓN NARANJA INTENSA

En un vial coloca:

20 mg de acetato de sodio
5 mg de Benzotiadiazol (componente fluorescente)
50 mg de MCPO
THF como disolvente
4 gotas de peróxido de hidrógeno

5.5 EMISIÓN VERDE MODERADA

En un vial coloca:

20 mg de acetato de sodio
5 mg de fluoresceína (componente fluorescente)
50 mg de MCPO
Etanol como disolvente
5 o 6 gotas de peróxido de hidrógeno

5.6 CUESTIONARIO

1. ¿Cuál es el mecanismo de reacción entre el MCPO, H_2O_2 y el componente fluorescente?
2. En el experimento de emisión luminiscente realizado en dimetilsulfóxido, ¿qué efecto tiene abrir el matraz después de agitarlo vigorosamente?
3. ¿Por qué la reacción quimioluminiscente entre el luminol, $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, H_2O_2 y NaOH es mucho más rápida que aquella entre el luminol, DMSO y NaOH?
4. Al usar los pigmentos fluorescentes y la reacción con el MCPO, ¿qué fenómeno se observa?

5.7 Experimentos opcionales

5.7.1 OBJETIVO

Identificar experimentalmente las características luminiscentes de los elementos del grupo 13 mediante la formación y análisis de algunos de sus compuestos.

5.7.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

2 matraces Erlenmeyer de 50 mL
2 vasos de precipitados de 50 mL
Probeta graduada de 20 mL
2 pipetas Pasteur
Propipeta
2 embudos Hirsch
2 matraces Kitasato
1 microespátula
2 tubos de ensaye grandes

Reactivos

Nitrato de indio, $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Nitrato de aluminio, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
8-hidroxiquinolina, $\text{C}_9\text{H}_7\text{NO}$
Carbonato de sodio, Na_2CO_3
Metanol, CH_3OH
Papel pH

Equipos

1 parrilla de calentamiento con agitación

5.7.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

I. REACCIÓN DEL $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ CON LA 8-HIDROXIQUINOLINA

1. Preparar las siguientes disoluciones:

Disolución 1: Disolver 0.1 g de 8-hidroxiquinolina en 10 mL de metanol.

Disolución 2: Disolver la cantidad estequiométrica necesaria para llevar a cabo una reacción 1:3 metal:ligante de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en 10 mL de agua desionizada.

2. Adicionar la disolución 1 a la disolución 2 y agitar durante 5 minutos a temperatura ambiente. El pH de la mezcla resultante debe ser ligeramente ácido (alrededor de pH 5 o 6). Sin dejar de agitar, añadir gota a gota una disolución de Na_2CO_3 0.6 M hasta que la mezcla alcance un pH de 8 (durante este proceso se observará la formación de un precipitado amarillo). Al llegar a pH 8, mantener la agitación por 30 minutos más. Posteriormente, filtrar el precipitado y lavarlo con 1.0 mL de metanol frío tres veces. Secar el material en una estufa a 80 °C y calcular el rendimiento. Verificar la luminiscencia del producto utilizando una lámpara UV (alrededor de 365 nm).

II. REACCIÓN DEL $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ CON LA 8-HIDROXIQUINOLINA

1. Preparar las siguientes disoluciones:

Disolución 1: Disolver 0.1 g de 8-hidroxiquinolina en 10 mL de metanol.

Disolución 2: Disolver la cantidad estequiométrica necesaria para llevar a cabo una reacción 1:3 metal:ligante de $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 10 mL de agua desionizada.

2. Adicionar la disolución 1 a la disolución 2 y agitar durante 5 minutos a temperatura ambiente. El pH de la mezcla resultante debe ser ligeramente ácido (alrededor de pH 5 o 6). Sin dejar de agitar, añadir gota a gota una disolución de Na_2CO_3 0.6 M hasta que la mezcla alcance un pH de 8 (durante este proceso se observará la formación de un precipitado amarillo). Al llegar a pH 8, mantener la agitación por 30 minutos más. Posteriormente, filtrar el precipitado y lavarlo con 1.0 mL de metanol frío tres veces. Secar a vacío y calcular el rendimiento. Verificar la luminiscencia del producto utilizando una lámpara UV (alrededor de 365 nm).

5.8 CUESTIONARIO

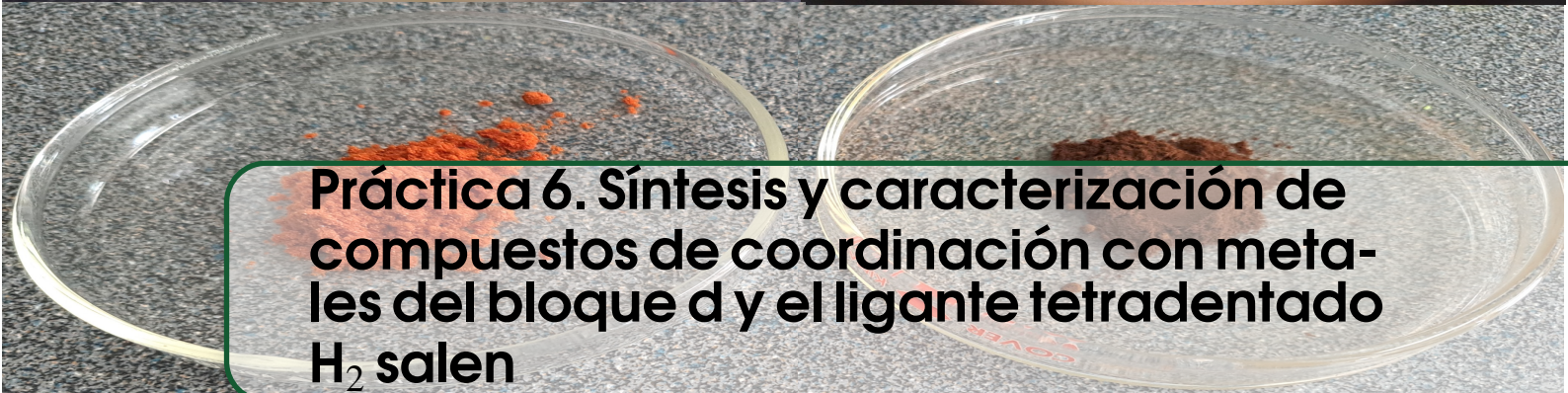
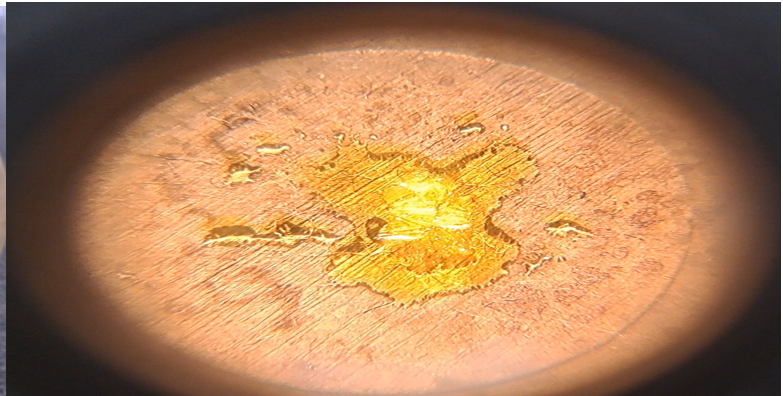
1. Plantee las ecuaciones de reacción balanceadas entre el $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y el $\text{In}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ con la 8-hidroxiquinolina y calcule el número de moles para cada uno de los reactivos que corresponden a las cantidades expresadas en el desarrollo experimental. Para cada reacción, ¿cuál es el reactivo limitante?
2. Sugiera una estructura para cada uno de los compuestos de coordinación.
3. Con las estructuras propuestas en la pregunta 2, determine el número de coordinación y el estado de oxidación del átomo central, así como la geometría, la fórmula y la hibridación

utilizando la teoría del enlace-valencia.

4. ¿Por qué los compuestos sintetizados son luminiscentes?

BIBLIOGRAFÍA

1. Yahyai I. A., Al-Lawati H. A. J. and Hassanzadeh J., *Luminescence*. 2022, 37, 1087–1097.
2. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, McGraw-Hill, pp. 406-412.
3. Sheehan, F.; Kobilinsky, L., *J. Chem. Educ.* 1984 61 (6), 542-546
4. Castelló, A.; Francés, F.; Verdú, F. *Talanta* 2009 77, 1555-73. Fisher, M., Fiske L.F. *Organic Synthesis*, Vol 1, John Wiley and Son, New York, 1974, p. 441-155.
5. White, E. H., D.F. Roswell y O.C. Zafiriou. 1969. *J. Organic. Chem.* 248, 2462-2468.
6. Rendell, D. y D. Owthorpe, D. 1987. *Fluorescence and Phosphorescence*. New York, John Wiley and Sons, pp. 1-36.



Práctica 6. Síntesis y caracterización de compuestos de coordinación con metales del bloque d y el ligante tetradentado H_2 salen

Las bases de Schiff, también conocidas como iminas o azometinas, son compuestos orgánicos derivados de la condensación entre una amina primaria o secundaria y un aldehído o cetona. Y representan una clase importante de ligandos en química de coordinación debido a su capacidad para formar complejos con metales de transición. Los compuestos de coordinación con bases de Schiff poseen diversas aplicaciones en catálisis, materiales supramoleculares, química medicinal, entre otros campos. La versatilidad de este tipo de ligantes radica en la posibilidad de modificar la estructura de la imina y la naturaleza del centro metálico, lo que permite diseñar complejos con propiedades específicas para una amplia gama de aplicaciones. Por tanto, no es de extrañar que la química de coordinación de estos ligandos de bases de Schiff se haya explorado de forma continua y exhaustiva con prácticamente todos los metales de transición de la tabla periódica. En esta práctica se presenta una ruta viable y sencilla para la síntesis de compuestos de coordinación con metales del primer periodo de transición (Co, Ni, Cu), centrándose en el análisis de los productos obtenidos a través de la espectroscopia IR y RMN de 1H y ^{13}C .

6.1 Parte I. Síntesis del ligante tetradentado bis-(salicilideno)etilendiamina (H_2 salen)

6.1.1 OBJETIVOS

1. Sintetizar el ligante tetradentado H_2 salen N,N-bis(salicilideno)etilendiamina.
2. Caracterizar el ligante H_2 salen por IR, punto de fusión y RMN (1H y ^{13}C).

6.1.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

- 1 agitador magnético
- 1 probeta de 50 mL
- 1 pipeta graduada de 5 mL
- 1 pipeta graduada de 2 mL
- 1 propipeta
- 1 microespátula
- Soporte universal y 2 pinzas de 3 dedos con nuez
- 3 vasos de precipitados de 50 mL

Equipos

- Parrilla de agitación
- Reóstato, manta de calentamiento
- Equipo de destilación
- Bomba de reflujo de agua
- Bomba de vacío
- Espectrofotómetro de IR
- Aparato de Fisher

Práctica 6. Síntesis y caracterización de compuestos de coordinación con metales del bloque d y el ligante tetradentado H_2 salen

1 matraz de Erlenmeyer de 150 mL	Reactivos
1 matraz Kitasato de 125 mL	Etilendiamina, $C_2H_8N_2$
1 embudo Buchner	Etanol, C_2H_6O
Papel filtro	Agua desionizada, H_2O
Mangueras para entrada y salida de agua	Salicilaldehído, $C_7H_6O_2$
Cinta teflón	

6.1.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! Maneje estos reactivos en la campana de extracción y, al verter ambos reactivos en el matraz, tape inmediatamente el matraz, ya que presentan olores fuertes; la etilendiamina posee un olor fuerte a amoníaco y el salicilaldehído a almendras.

1. En un matraz de fondo redondo equipado con una barra de agitación, agregue 5.25 mmol de salicilaldehído (0.55 mL), 2.5 mmol de etilendiamina (0.16 mL) y 10 mL de etanol.
2. Calentar la mezcla de reacción a reflujo durante 30 minutos.
3. Después del tiempo de reacción, apague el calentamiento y permita que la mezcla de reacción alcance la temperatura ambiente.
4. Filtrar al vacío y lavar el producto con 10-15 mL de etanol frío.
5. Secar el producto (sólido amarillo) en una estufa a $\sim 80^\circ C$ durante ~ 30 minutos.
6. Pesar el producto obtenido y determinar el rendimiento.
7. Medir el punto de fusión y realizar el análisis por espectroscopía infrarroja (IR).

6.2 Parte II. Síntesis de los compuestos de coordinación con el ligante tetradentado H_2 salen

6.2.1 OBJETIVOS

1. Sintetizar los complejos de coordinación con metales del bloque d (Ni, Co, Cu) y el ligante H_2 salen.
2. Caracterizar los compuestos de coordinación por IR, punto de fusión, y RMN (1H y ^{13}C).

6.2.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

1 matraz de fondo redondo de 25 mL
 1 probeta de 50 mL
 1 pipeta graduada de 5 mL
 1 pipeta graduada de 2 mL
 1 propipeta
 1 microespátula
 Soporte universal y pinzas de 3 dedos con nuez
 3 vasos de precipitados de 50 mL
 1 matraz de Erlenmeyer de 150 mL
 1 matraz Kitasato de 125 mL
 1 embudo Buchner
 1 agitador magnético
 Papel filtro
 Mangueras para entrada y salida de agua
 Cinta teflón

Equipos

Parrilla de agitación
 Reóstato - manta de calentamiento
 Equipo de destilación
 Bomba de reflujo de agua
 Bomba de vacío
 Espectrofotómetro de IR
 Aparato de Fisher Jhons

Reactivos

Acetato de níquel (II), $C_4H_6NiO_4$
 Acetato de cobre (II), $Cu(CH_3COO)_2$
 Acetato de cobalto (II), $C_4H_6CoO_4$
 Éter dietílico, $(C_2H_5)_2O$
 Etanol, C_2H_6O
 Agua desionizada, H_2O

6.2.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. En un matraz de fondo redondo con una barra magnética, agregue 1.1 mmol del ligante H_2 salen, 1.1 mmol de acetato de Cu (II), Ni (II) o Co (II) y 10 mL de etanol.

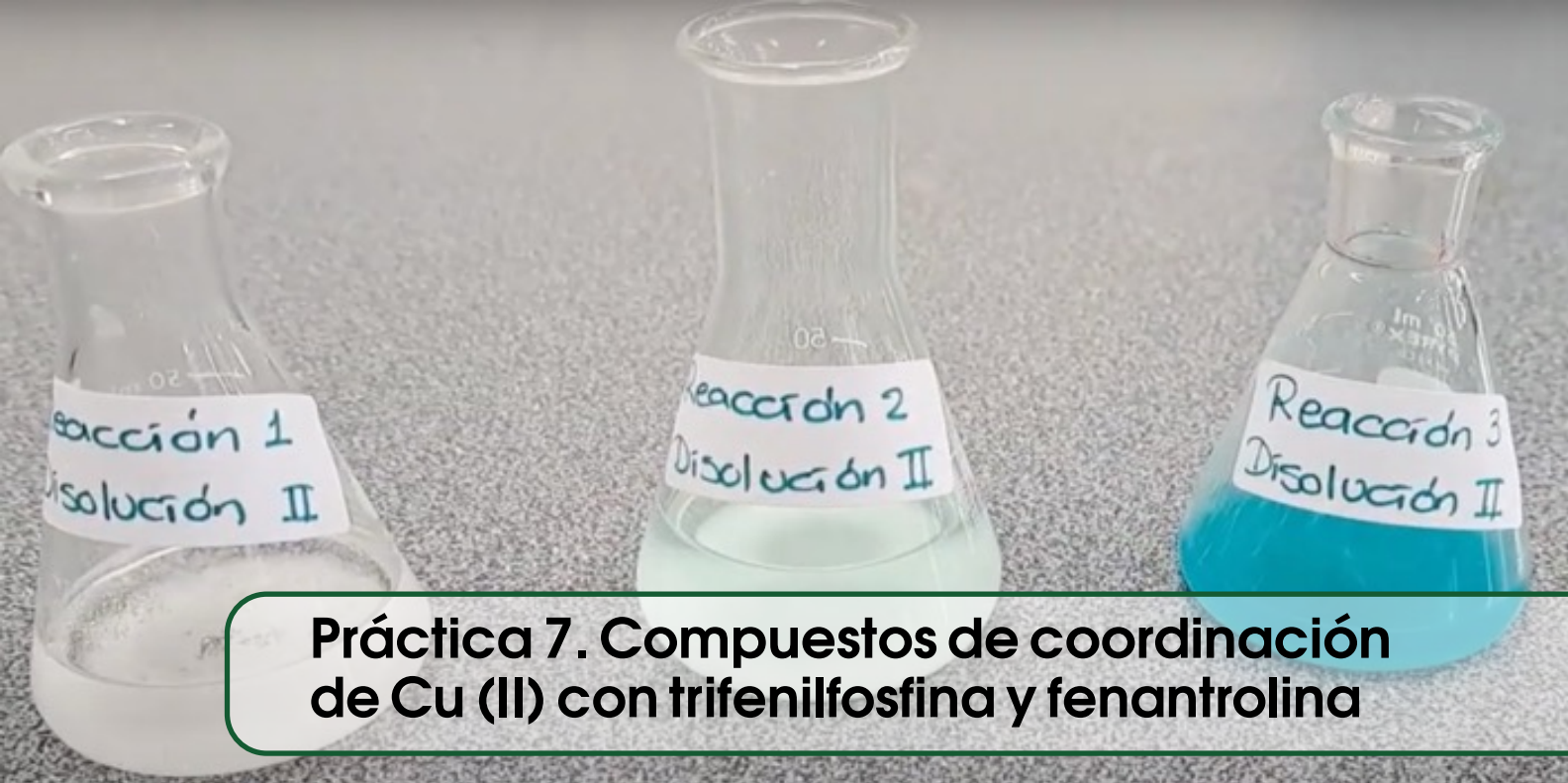
2. Calentar la mezcla de reacción a reflujo durante 1 h.
3. Después del tiempo de reacción, apague el calentamiento y permita que la mezcla de reacción alcance la temperatura ambiente.
4. Filtrar al vacío y lavar el producto con 10 mL de éter etílico. Secar el producto en una estufa a 80-85 °C durante 30 minutos.
5. Pesar el producto obtenido y determinar el rendimiento.
6. Medir el punto de fusión y realizar el análisis por espectroscopía infrarroja (IR) y RMN de ^1H y ^{13}C .

6.3 CUESTIONARIO

1. Dibuje los esquemas de reacción de los dos experimentos que llevó a cabo.
2. ¿Cómo determinar si hubo o no hubo reacción?
3. Explique detalladamente los espectros de RMN de ^1H y ^{13}C del ligante y del compuesto que sintetizó. ¿Hay alguna diferencia? ¿Cuál y a qué se debe?
4. El precursor metálico en esta práctica tiene dos funciones. Una es proveer el centro metálico. ¿Cuál es la otra?
5. ¿Se podría generar el mismo compuesto de coordinación utilizando el cloruro metálico en lugar del acetato metálico? Sí, no, ¿por qué? Explique claramente con esquemas de reacción.

BIBLIOGRAFÍA

1. Collett J. D., Krause J. A., and Guan H., J. Chem. Educ. 2021, 98, 592-599.
2. T. Leon Venable, J. Chem. Educ. 2019, 96, 577-581.
3. D. F. Shriver, P. W. Atkins, "Química Inorgánica", 4a Ed. Mc Graw-Hill México (2008), pp. 507-530.
4. I. B. Bersuker, "Electronic Structure and Properties of Transition Metal Compounds", Wiley: New York (1996), pp. 37-93.
5. Housecroft, C. E, Sharpe A. G., Inorganic Chemistry; Third Edition, Pearson, England, 2008, pp. 611-619.
6. J.E. Huheey, E.A. Keiter y R. L. Keiter, "Inorganic Chemistry": Principles of structure and reactivity", 4th Edn. Harper Collins: New York (1993), pp. 500-553.



Práctica 7. Compuestos de coordinación de Cu (II) con trifenilfosfina y fenantrolina

Los compuestos de coordinación de cobre son una clase importante de compuestos químicos con aplicaciones en diversos campos de la química y la ciencia de los materiales. El cobre, un metal de transición, exhibe una amplia química de coordinación debido a su capacidad para formar una gran variedad de complejos con diferentes ligantes. Estos compuestos se caracterizan por la presencia de átomos de cobre unidos a grupos de coordinación, generalmente compuestos orgánicos o inorgánicos llamados ligantes, a través de enlaces covalentes coordinados. El estudio de los compuestos de coordinación de cobre implica la exploración de sus propiedades físicas, químicas y estructurales, mediante técnicas analíticas como la espectroscopia IR, la cristalografía y la electroquímica.

En la química de coordinación, los ligantes desempeñan un papel fundamental para formar enlaces químicos con un centro metálico a través de pares de electrones disponibles en los orbitales del ligante y orbitales vacíos y disponibles en un centro metálico. Los ligantes pueden ser monoatómicos (poseen un átomo por el que se puede coordinar) o poliatómicos (poseen más de un átomo por los que se puede coordinar). Los ligantes pueden influir en las propiedades físicas y químicas de los compuestos de coordinación, incluyendo la geometría molecular, la reactividad química, la estabilidad del complejo y sus propiedades magnéticas y espectroscópicas. Además, la selección de ligantes adecuados es crucial en la síntesis de compuestos de coordinación para aplicaciones específicas. Es por ello, que el estudio de los ligantes y su interacción con los metales es fundamental para comprender la química de coordinación.

7.1 OBJETIVOS

1. Sintetizar diferentes compuestos de coordinación de Cu(II).
2. Estudiar por IR las estructuras de los compuestos de coordinación de Cu(II).

7.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

4 matraces Erlenmeyer de 50 mL
2 probetas graduadas de 25 mL
2 pipetas pasteur
1 propipeta

Equipos

Parrilla de calentamiento con agitación
Equipo de espectroscopía FT-IR

1 embudo Buchner
1 matraz Kitasato
4 viales por equipo
Papel filtro

Reactivos

Cloruro de cobre, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Nitrato de cobre (II), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$
Trifenilfosfina, $\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3$
1,10-fenantrolina, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$
Etanol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$
Éter etílico, $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$

7.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

I. REACCIÓN DE $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ CON TRIFENILFOSFINA

1. Preparar las siguientes disoluciones:

Disolución I: Pese 0.085 g de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y disuélvalos en 5 mL de etanol.

Disolución II: Pese 458 mg de trifenilfosfina y disuelva en 15 mL de etanol, con agitación y calentamiento.

2. Una vez disuelta la fosfina, agréguele a esta la disolución I de la sal metálica poco a poco y con agitación constante.
3. Dejar enfriar la mezcla de reacción, sin agitación, hasta observar la formación de un sólido. Filtrar al vacío el precipitado y lavarlo con etanol frío.
4. Finalmente, deje que se evapore el etanol del filtrado en la campana de extracción y guarde el sólido obtenido (producto secundario de la reacción).
5. Una vez secos ambos productos, obtenga los espectros de IR para cada uno. También analice por IR la trifenilfosfina.

II. REACCIÓN DE $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ CON TRIFENILFOSFINA

1. Preparar las siguientes disoluciones:

Disolución I: Pese 0.116 g de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ y disuélvalos en 10 mL de etanol.

Disolución II: Pese 327 mg de trifenilfosfina y disuélvalos en 20 mL de etanol, con agitación y calentamiento.

2. Preparar las siguientes disoluciones:
Disolución I: Pese 0.116 g de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ y disuélvalos en 10 mL de etanol.
Disolución II: Pese 327 mg de trifenilfosfina y disuélvalos en 20 mL de etanol, con agitación y calentamiento.
3. Dejar enfriar la mezcla de reacción, sin agitación, hasta observar la formación de un sólido. Filtrar al vacío el precipitado y lavarlo con etanol frío.
4. Una vez seco el producto, registre su masa y obtenga el espectro de IR.

III. REACCIÓN DE $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ CON 1,10-FENANTROLINA

1. Preparar las siguientes disoluciones:

Disolución I: Pese 0.116 g de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ y disuélvalos en 5 mL de agua.

Disolución II: Pese 0.2 g de fenantrolina monohidratada y disuélvala en 5 mL de etanol, con agitación y calentamiento.

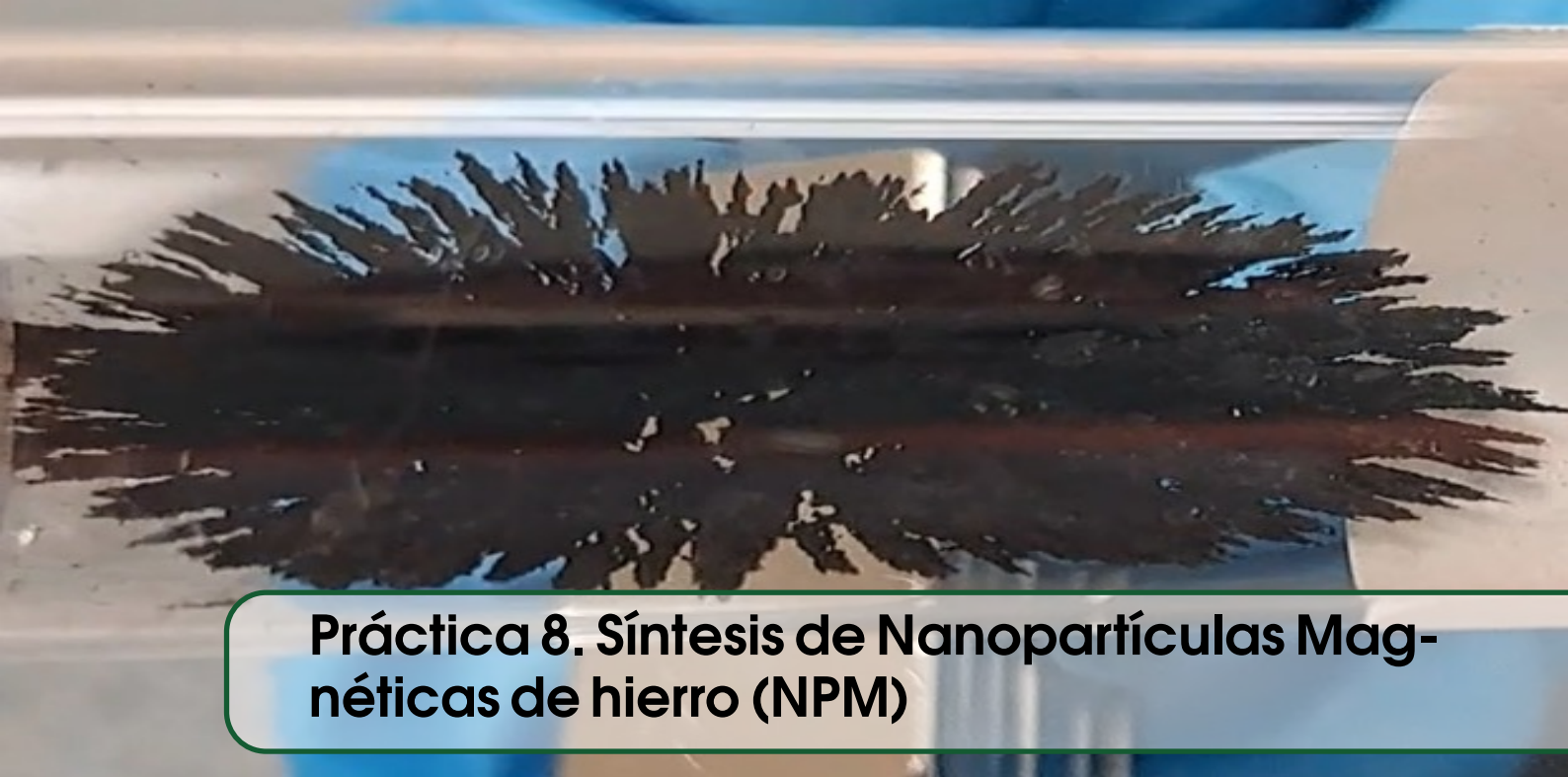
2. Una vez disuelta la fenantrolina, agréguele a esta la disolución I de la sal metálica poco a poco y con agitación constante. Con agitación y calentamiento suave, deje que se reduzca el volumen un 50 %.
3. Dejar enfriar la mezcla de reacción, sin agitación, hasta observar la formación de un sólido cristalino. Filtrar al vacío el precipitado y lavarlo con etanol frío.
4. Secar el producto obtenido, registrar su masa y obtener el espectro de IR. También analice por IR la fenantrolina.

7.4 CUESTIONARIO

1. Sugiera una estructura para cada uno de los compuestos de coordinación sintetizados y proporcione los esquemas de reacción completos y balanceados.
2. De acuerdo con las estructuras propuestas, determine el número de coordinación y estado de oxidación del átomo central, así como con la teoría de enlace-valencia (geometría, fórmula e hibridación).
3. Analice a profundidad los espectros de IR de reactivos y productos. Contraste la información obtenida por IR con las estructuras propuestas. Explique claramente.

BIBLIOGRAFÍA

1. <http://www.rsc.org/periodic-table/element/29/copper>. Sitio consultado el 21 de mayo del 2024.
2. Nakamoto, K. Infrared and Raman spectra of Inorganic and Coordination compounds Part A, 6a ed, New Jersey, John Wiley and Sons, Inc., 2009.
3. Huheey, J. E., Química Inorgánica. Principios de estructura y reactividad, 4a ed, New York, Harper / Row, 1999, pp. 411-487.
4. Cotton, F. A. and Wilkinson, G., Basic Inorganic Chemistry, 5th ed, New York, John Wiley / Sons, Inc., 1999, pp. 528-555.
5. D. F. Shriver, P. W. Atkins, "Química Inorgánica", 4a Ed. Mc Graw-Hill México (2008), pp. 507-530.
6. I. B. Bersuker, "Electronic Structure and Properties of Transition Metal Compounds", Wiley: New York (1996), pp. 37-93.
7. Housecroft, C. E, Sharpe A. G., Inorganic Chemistry; Third Edition, Pearson, England, 2008, pp. 611-619.



Práctica 8. Síntesis de Nanopartículas Magnéticas de hierro (NPM)

Las nanopartículas magnéticas pueden estar hechas de una variedad de materiales, incluyendo óxidos metálicos como el óxido de hierro, así como aleaciones de hierro y otros metales. Estas nanopartículas tienen una gran área de superficie en relación con su volumen, lo que las hace especialmente útiles en una amplia gama de aplicaciones. Entre las propiedades más destacadas de las nanopartículas magnéticas se encuentra su capacidad para responder a campos magnéticos externos. Cuando se colocan en un campo magnético, las nanopartículas pueden magnetizarse, lo que significa que sus momentos magnéticos se alinean con la dirección del campo aplicado.

Las aplicaciones de las nanopartículas magnéticas son variadas y van desde la medicina hasta la tecnología de la información. Por ejemplo, en medicina, se utilizan como agentes de contraste en resonancia magnética para mejorar la visualización de tejidos y órganos. También se están investigando para aplicaciones en terapia magnética dirigida, donde las nanopartículas se dirigen a sitios específicos del cuerpo y se activan con campos magnéticos para tratar enfermedades como el cáncer. Además, las nanopartículas magnéticas encuentran aplicaciones en la separación de contaminantes, la tecnología de almacenamiento de datos y la fabricación de dispositivos electrónicos y sensores altamente sensibles.

Las fases de las magnetitas del óxido de hierro son la magnetita y la maghemita. La magnetita es un óxido mixto de hierro (Fe_3O_4) y cristaliza en una estructura de espinela inversa. Los cationes de hierro existen en dos estados de oxidación de forma simultánea: divalente y trivalente. Su celda unitaria está conformada por un empaquetamiento cúbico compacto distorsionado. La maghemita es la versión oxidada de la magnetita, deficiente de Fe^{2+} , fuertemente magnética, con orden ferrimagnético por el intercambio entre iones de los sitios intersticiales tetraédricos y octaédricos. En las fases de las nanopartículas magnéticas de hierro, los sitios activos son proporcionados por los cationes Fe^{2+} y Fe^{3+} y los aniones O^{2-} . En la estructura, los Fe^{3+} se comportan como ácidos de Lewis, mientras que los O^{2-} actúan como bases de Brønsted; ambos accesibles en la superficie, lo que les confiere características de adsorción potencial.

8.1 OBJETIVOS

1. Aprender a sintetizar nanopartículas magnéticas (NPM).
2. Conocer algunas técnicas para caracterizar materiales, como espectroscopia de infrarrojo y difracción de rayos X de polvos.

8.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

2 matraces Erlenmeyer de 250 mL
 1 vaso de precipitados de 250 mL
 1 barra agitadora magnética
 1 pipeta de 2 mL
 2 pipetas de 10 mL
 1 probeta de 100 mL
 1 embudo de adición
 1 imán fuerte
 1 pipeta Pasteur
 1 caja petri
 Soporte universal y 2 pinzas de nueces
 Papel de filtro
 Recipiente de plástico con tapa

Equipos

Vortex (agitador de tubos)
 Parrilla de agitación
 Estufa

Reactivos

Cloruro de hierro (II), $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
 Cloruro de hierro (III), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 Hidróxido de amonio, NH_4OH
 Ácido clorhídrico, HCl
 Agua desionizada, H_2O

8.3 DESARROLLO EXPERIMENTAL



¡IMPORTANTE! Preparar las siguientes disoluciones para todo el grupo (revise las cantidades que se necesitarán) y para preparar las soluciones de cloruro de hierro se añaden los cloruros de hierro sólidos a la solución de HCl (2 M).

$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 10 mL, 2.0 M en una solución ácida de HCl , 2.0 M

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10 mL, 1.0 M en una solución ácida de HCl , 2.0 M

NH_4OH de 1.0 M en agua.

I. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS



¡IMPORTANTE! Realizar el experimento en una campana de extracción.

1. En un matraz Erlenmeyer de 500 mL, agregue 1.5 mL de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (2.0 M) y 6 mL de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1.0 M), ambos previamente preparados en una solución de HCl (2.0 M).
2. Añadir 75 mL de una disolución de NH_4OH (1.0 M) gota a gota utilizando un embudo de goteo durante un período de 4 a 5 minutos en el matraz Erlenmeyer, mientras se agita rápidamente con una agitación magnética. Como resultado de la adición de NH_4OH , el color cambiará de amarillo a marrón y, finalmente, a negro.
3. Puede confirmar la preparación exitosa de la magnetita utilizando un imán para decantar la ferrita.
4. A continuación, las nanopartículas se lavan con agua destilada (3 x 100 mL), seguido de un proceso de decantación magnética y eliminación de la fase no magnética que se repite hasta que el pH de la fase acuosa extraída alcance aproximadamente un valor neutro (entre 6-7) y finalmente se lava con etanol (2 x 50 mL).
5. El material se seca en una estufa a 80 °C por 30 minutos y se verifica con un imán si el sólido es magnético. Las nanopartículas magnéticas se analizan por espectroscopia infrarroja y difracción de rayos-X de sólidos.

8.4 CUESTIONARIO

1. Determine el número de oxidación de cada átomo en Fe_3O_4 . Compruebe que la relación $\text{Fe}^{II}/\text{Fe}^{III}$ utilizada experimentalmente concuerda con este resultado.
2. ¿Cuáles son los diferentes colores observados durante la síntesis y a qué se deben? Explica tu respuesta.

3. Utilice los patrones de DRX registrados y lo reportado en la literatura para confirmar la naturaleza del producto formado.
4. Pregunta avanzada: ¿explicar el origen del color negro del Fe_3O_4 ?
5. ¿Por qué el Fe_3O_4 es atraído por un imán?

BIBLIOGRAFÍA

1. Ellis, A. B.; Widstrand, C. G.; Nordell, J. Chem. Educ., 2001,78(8), 1044.
2. Qu, S.; Yang, H.; Ren, D.; Kan, S.; Zou, G.; Li, D.; Li, J. Colloid Interface Sci., 1999, 215, 190-192
3. Laurent, S.; Forge, D.; Port, M.; Roch, A.; Robic, C.; Vander Elst, L.; Muller, R. N., Chem. Rev. 2008, 108, 2064-2110.
4. D. F. Shriver, P. W. Atkins, "Química Inorgánica", 4a Ed. Mc Graw-Hill México (2008), pp. 601-615.
5. Basic Solid-State Chemistry. A. R. West. Ed. Wiley. New York (1988), pp. 342-354.
6. Química del Estado Sólido. L. Smart y E. Moore. Ed. Addison-Wesley Iberoamericana (1995), pp. 365-393



Práctica 9. Obtención de un ferrofluido

Los ferrofluidos magnéticos combinan propiedades magnéticas con las características de un líquido. En su composición, los ferrofluidos consisten típicamente en pequeñas partículas magnéticas suspendidas en un portador líquido, como agua o aceite. Estas partículas magnéticas suelen ser nanopartículas de óxido de hierro, aunque también se pueden utilizar otros materiales magnéticos. Cuando se expone un ferrofluido a un campo magnético externo, las partículas magnéticas dentro del fluido responden alineándose con las líneas de campo magnético. Esta respuesta produce una variedad de efectos visuales y dinámicos, desde cambios en la forma y la textura del fluido hasta movimientos fluidos que pueden ser controlados mediante el ajuste del campo magnético aplicado. Los ferrofluidos tienen una amplia gama de aplicaciones prácticas y científicas, que van desde dispositivos de sellado y amortiguadores de vibración en la industria hasta tecnologías médicas y de control de vibraciones en sistemas de audio. La estabilización de nanopartículas magnéticas de óxido de hierro en fluido se puede lograr mediante el uso de cationes de amonio. Esto ilustra la versatilidad de los materiales que se pueden obtener mediante simples modificaciones.

9.1 Propiedades de los ferrofluidos

1. **Magnetismo:** fuerza que puede actuar a distancia entre dos materiales debido a las propiedades de los movimientos orbitales y de espín de sus electrones.
2. **Ferrimagnetismo:** fenómeno en el que los momentos magnéticos internos de múltiples conjuntos de espín de electrones no apareados dentro del dominio del sólido no se cancelan completamente y, por tanto, dejan un espín neto.
3. **Ferromagnetismo:** fenómeno en el que los momentos magnéticos internos de los electrones no apareados dentro de un dominio del sólido están alineados y actúan de forma cooperativa.
4. **Tensioactivo o surfactante:** sustancia molecular o sal que rodea las partículas y las aísla de las fuerzas de atracción de sus vecinos.

9.2 OBJETIVOS

1. Aprender a sintetizar, extraer y estabilizar nanopartículas magnéticas coloidales.
2. Utilizar un enfoque basado en la investigación para mostrar cómo un objeto inicial, como las MNP, puede modificarse para producir nuevos materiales con diferentes propiedades.

9.3 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

2 matraces Erlenmeyer de 250 mL
1 vaso de precipitados de 250 mL
1 barra agitadora magnética
1 pipeta de 2 mL
2 pipetas de 10 mL
1 probeta de 100 mL
1 embudo de adición
1 imán fuerte
1 pipeta Pasteur
1 caja petri
Soporte universal y 2 pinzas de nueces
Papel de filtro
Recipiente de plástico con tapa

Equipos

Vortex (agitador de tubos)
Parrilla de agitación

Reactivos

Cloruro de hierro (II), $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Cloruro de hierro (III), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Hidróxido de amonio, NH_4OH
Ácido clorhídrico, HCl
Agua desionizada, H_2O
Hidróxido de tetrametilmonio (TMA) al ~40 %

9.4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

⦿ ¡IMPORTANTE! Prepare las siguientes disoluciones para todo el grupo (revise las cantidades que se necesitarán) y para preparar las soluciones de cloruro de hierro se añaden los cloruros de hierro sólidos a la solución de HCl (2.0 M).

$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 10 mL, 2.0 M en una solución ácida de HCl , 2.0 M

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10 mL, 1.0 M en una solución ácida de HCl , 2.0 M

NH_4OH de 1.0 M en agua

I. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

⦿ ¡IMPORTANTE! Realizar el experimento en una campana de extracción.

1. En un matraz Erlenmeyer de 500 mL, agregue 3.0 mL de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (2.0 M) y 12 mL de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1.0 M), ambos previamente preparados en una solución de HCl (2.0 M).
2. Añadir 150 mL de una disolución de NH_4OH (1.0 M) gota a gota utilizando un embudo de goteo durante un período de 4 a 5 minutos en el matraz Erlenmeyer, mientras se agita rápidamente con una agitación magnética. Como resultado de la adición de NH_4OH , el color cambiará de amarillo a marrón y, finalmente, a negro.
3. Puede confirmar la preparación exitosa de la magnetita utilizando un imán para decantar la ferrita.
4. A continuación, las nanopartículas se lavan con agua destilada (3 x 200 mL), seguido de un proceso de decantación magnética y eliminación de la fase no magnética que se repite hasta que el pH de la fase acuosa extraída alcance aproximadamente un valor neutro (entre 6-7).

II. ESTABILIZACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS CON TMA

⦿ ¡IMPORTANTE! Es necesario eliminar la mayor cantidad de agua de las nanopartículas antes de agregar el estabilizador. Las nanopartículas se separan utilizando un imán potente, y la fase acuosa superior se elimina directamente o a través de un papel filtro para eliminar la parte sobrenadante.

1. Una vez que no se puede eliminar más agua, se añaden unas gotas (generalmente de 2 a 4) de una solución de hidróxido de TMA al 40 % en agua (aproximadamente 0.5 mL) y se agita vigorosamente la mezcla (en un recipiente tapado) utilizando un agitador de vórtice/plataforma durante unos minutos.

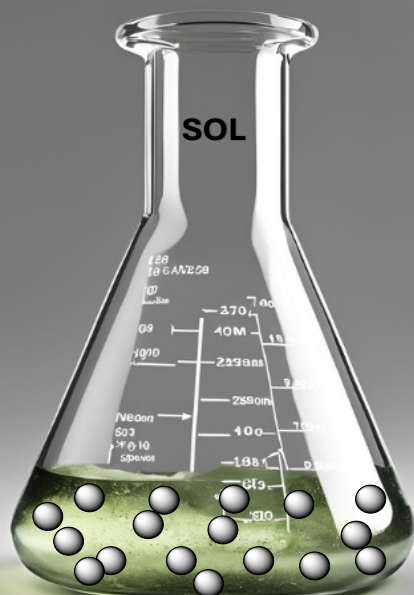
2. Si algún sólido no se dispersa completamente o si el líquido no se vuelve homogéneo, se agregan 2-4 gotas adicionales de TBA y se vuelve a mezclar.
3. El líquido resultante debería mostrar las características de una punta magnética típica de un ferrofluido. En caso contrario, el ferrofluido puede decantarse durante un día en un recipiente tapado sobre un imán fuerte: se elimina la fase no magnética sobrenadante vaciándola mientras se mantiene el imán debajo del recipiente. Si es necesario, la fase magnética residual se dispersa mediante una agitación mecánica intensa.

9.5 CUESTIONARIO

1. Determine el número de oxidación de cada átomo en Fe_3O_4 . Compruebe que la relación $\text{Fe}^{II}/\text{Fe}^{III}$ utilizada experimentalmente concuerda con este resultado.
2. ¿Cuáles son los diferentes colores observados durante la síntesis y a qué se deben? Explica tu respuesta.
3. ¿Cómo se llama el compuesto Fe_3O_4 ?
4. Utilice los patrones de DRX registrados y lo reportado en la literatura para confirmar la naturaleza del producto formado.
5. Pregunta avanzada: ¿explicar el origen del color negro del Fe_3O_4 ?
6. ¿Por qué el Fe_3O_4 es atraído por un imán?
7. ¿Cuál es el papel del TBA?
8. Indique algunas aplicaciones de los ferrofluidos.

BIBLIOGRAFÍA

1. Qu, S.; Yang, H.; Ren, D.; Kan, S.; Zou, G.; Li, D.; Li, M. Magnetite Nanoparticles Prepared by Precipitation from Partially Reduced Ferric Chloride Aqueous Solutions. *J. Colloid Interface Sci.* 1999, 215 (1), 190-192.
2. Torres-Diaz, I.; Rinaldi, C. Recent progress in ferrofluids research: novel applications of magnetically controllable and tunable fluids. *Soft Matter* 2014, 10 (43), 8584-8602.
3. Laurent, S.; Forge, D.; Port, M.; Roch, A.; Robic, C.; Vander Elst, L.; Muller, R. N. Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications. *Chem. Rev.* 2008, 108 (6), 2064-2110.
4. D. F. Shriver, P. W. Atkins, "Química Inorgánica", 4a Ed. Mc Graw-Hill México (2008), pp. 601-615.
5. Basic Solid-State Chemistry. A. R. West. Ed. Wiley. New York (1988), pp. 342-354.
6. Química del Estado Sólido. L. Smart y E. Moore. Ed. Addison-Wesley Iberoamericana (1995), pp. 365-393.



Práctica 10. Método SOL-GEL: síntesis de BaTiO_3

El método sol-gel es una técnica versátil y ampliamente utilizada en la síntesis de materiales cerámicos, vítreos y compuestos orgánico-inorgánicos con propiedades controladas a nivel nanométrico. Se basa en la formación de una dispersión coloidal de partículas sólidas en un líquido (sol), seguido de la gelificación de este sol para formar una red tridimensional de partículas sólidas interconectadas en un medio líquido, llamado gel. El proceso sol-gel ofrece varias ventajas, como la posibilidad de controlar la composición química, la estructura morfológica y las propiedades físicas y químicas del material. Además, es una técnica relativamente suave que se puede realizar a temperatura ambiente o moderada, lo que permite la incorporación de compuestos sensibles al calor.

Por otro lado, el BaTiO_3 es un compuesto con propiedades ferroeléctricas y piezoelectricas, lo que lo convierte en un material de gran interés en diversas aplicaciones tecnológicas. La síntesis del titanato de bario por el método sol-gel es un proceso eficiente que permite la preparación de este material cerámico con control preciso sobre su estructura, composición y propiedades. Ofrece varias ventajas, como la generación de una dispersión homogénea de los precursores en la solución y un control preciso sobre la composición química del titanato de bario. Esto facilita la incorporación de dopantes y la modificación de las propiedades del material según las necesidades específicas de la aplicación. Además, este método permite producir películas delgadas y recubrimientos con espesores controlados, lo cual es fundamental en aplicaciones de dispositivos electrónicos y ópticos.

10.1 OBJETIVO

Utilizar el método sol-gel para la síntesis del BaTiO_3 y determinar la temperatura óptima de calcinación para obtener el producto puro.

10.2 MATERIALES, EQUIPOS Y REACTIVOS

Materiales

1 vaso de precipitado de 250 mL
1 matraz Erlenmeyer 125 mL
2 barras magnéticas
1 microespatula
1 termómetro

Equipos

1 parrilla de agitación magnética
Mufla

Reactivos

1 probeta de 100 mL	Isopropóxido de titanio (IV), Ti(OC ₃ H ₇) ₄
1 pipeta de 5 mL	Butóxido de titanio (IV), Ti(OC ₄ H ₉) ₄
1 propipeta	Nitrato de bario, Ba(NO ₃) ₂
1 embudo de adición de 100 mL	Etanol, C ₂ H ₆ O
1 crisol de cerámica o alúmina	Agua destilada, H ₂ O
Papel pH	

10.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

1. Pesar 2.241 g de Ba(NO₃)₂ y colocarlos en un vaso de precipitados, agregar 20 mL de agua destilada y agitar hasta observar una disolución completa. Si es necesario, caliente suavemente (40 °C). Medir el pH del sistema (disolución 1).
2. En el matraz Erlenmeyer colocar 15 mL de etanol y agregar 2.5 mL de Ti(OC₃H₇)₄ ó 3 mL de Ti(OC₄H₉)₄ bajo agitación vigorosamente (disolución 2).
3. Colocar la disolución 1 en un embudo de adición y añádela gota a gota a la disolución 2 bajo una agitación vigorosa.
4. Una vez que haya agregado toda la disolución 1 a la 2, dejar la mezcla en agitación por 10 minutos.
5. Después del tiempo de agitación, evaporar el exceso de disolvente del producto a 90 °C en una parrilla de calentamiento.
6. Cuando se haya reducido el volumen de la mezcla de reacción, verter en un crisol de porcelana y calcinar la muestra en una mufla eléctrica durante una hora a la temperatura asignada según el siguiente cuadro:

Condiciones	Temperatura (°C)
1	650
2	750
3	850

7. Muela el producto y envíe a difracción de rayos X para su análisis.

10.4 CUESTIONARIO

1. Mencione las aplicaciones del método sol-gel.
2. Calcule la relación en gramos Ti(OC₄H₉)₄:Ba(NO₃)₂ ó Ti(OC₃H₇)₄:Ba(NO₃)₂ necesaria para preparar 3 g de BaTiO₃.
3. Indique el pH medido ¿Qué importancia tiene el pH durante la reacción?
4. ¿Por qué es necesario someter a un tratamiento térmico el producto?
5. ¿Qué ventajas representa la síntesis por el método sol-gel sobre la síntesis clásica por estado sólido?
6. ¿Qué desventajas representa la síntesis por el método sol-gel sobre la síntesis clásica por estado sólido?
7. Dibuje la estructura del BaTiO₃ e indique en un esquema cada uno de los números de coordinación de los iones presentes.
8. ¿Cuál es la temperatura óptima de obtención del BaTiO₃?
9. Identifique en el difractograma de rayos-X las fases cristalinas presentes en el producto obtenido, a la temperatura de reacción propuesta.

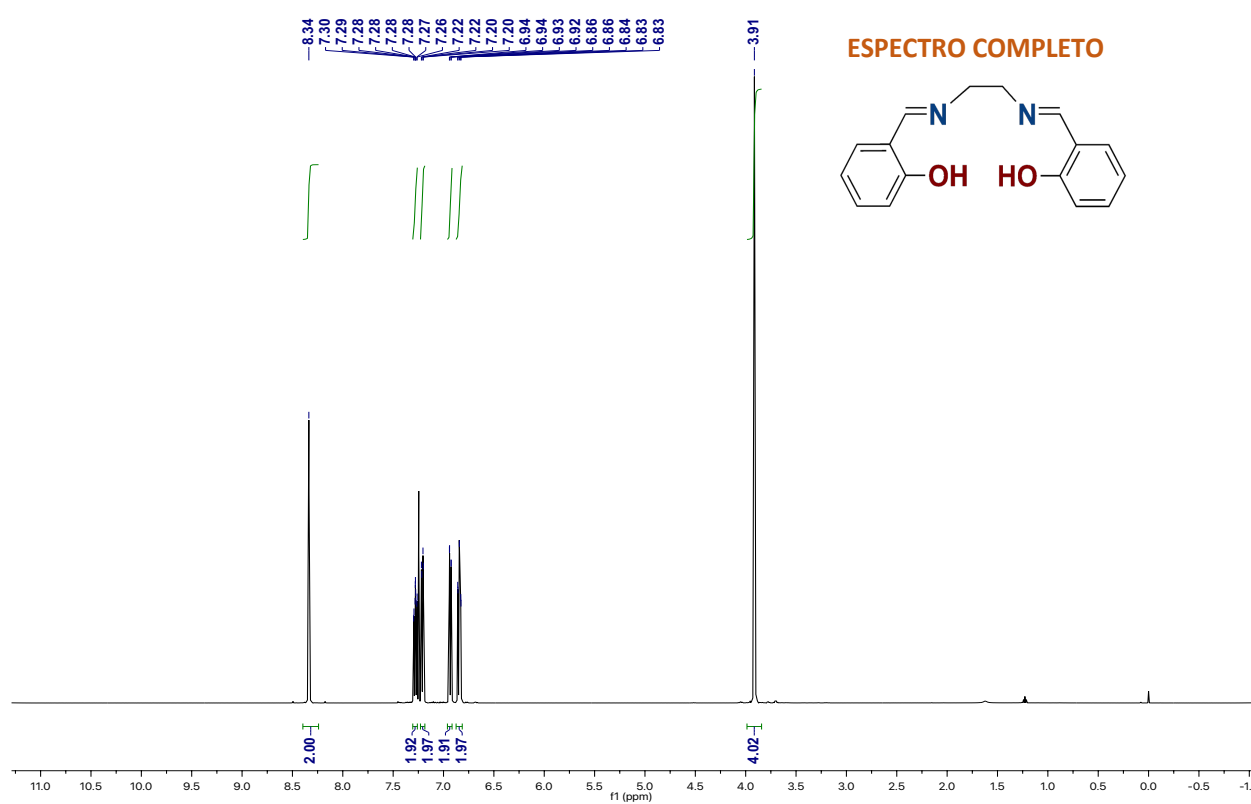
BIBLIOGRAFÍA

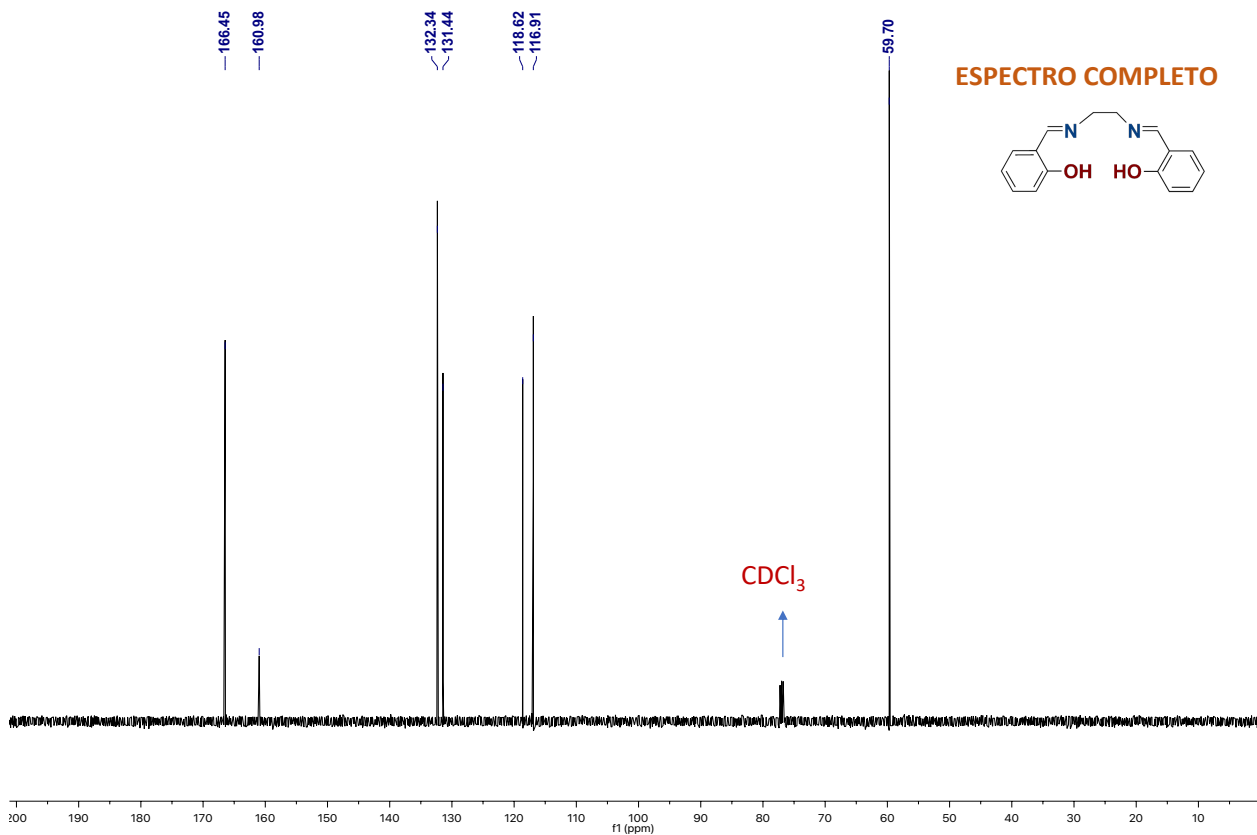
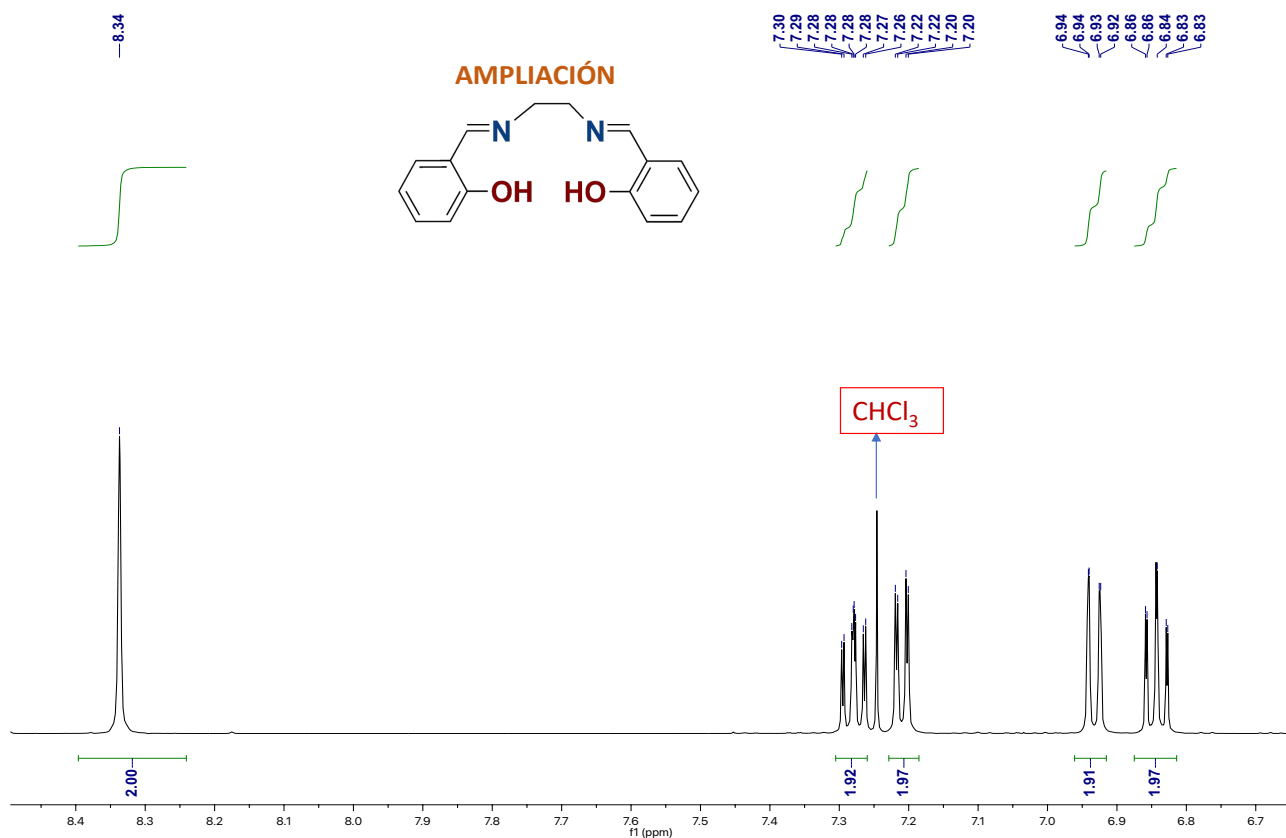
1. Kalyanasundaram, K., Photpchemistry in Microheterogeneous Systems, Academic Press, Inc., Orlando, Florida, 1987, pp. 11-29.
2. Periyasamy, A. P., Venkataraman M., Kremenakova D., Militky J., Zhou Y., Materials, 2020, 13, 1838.

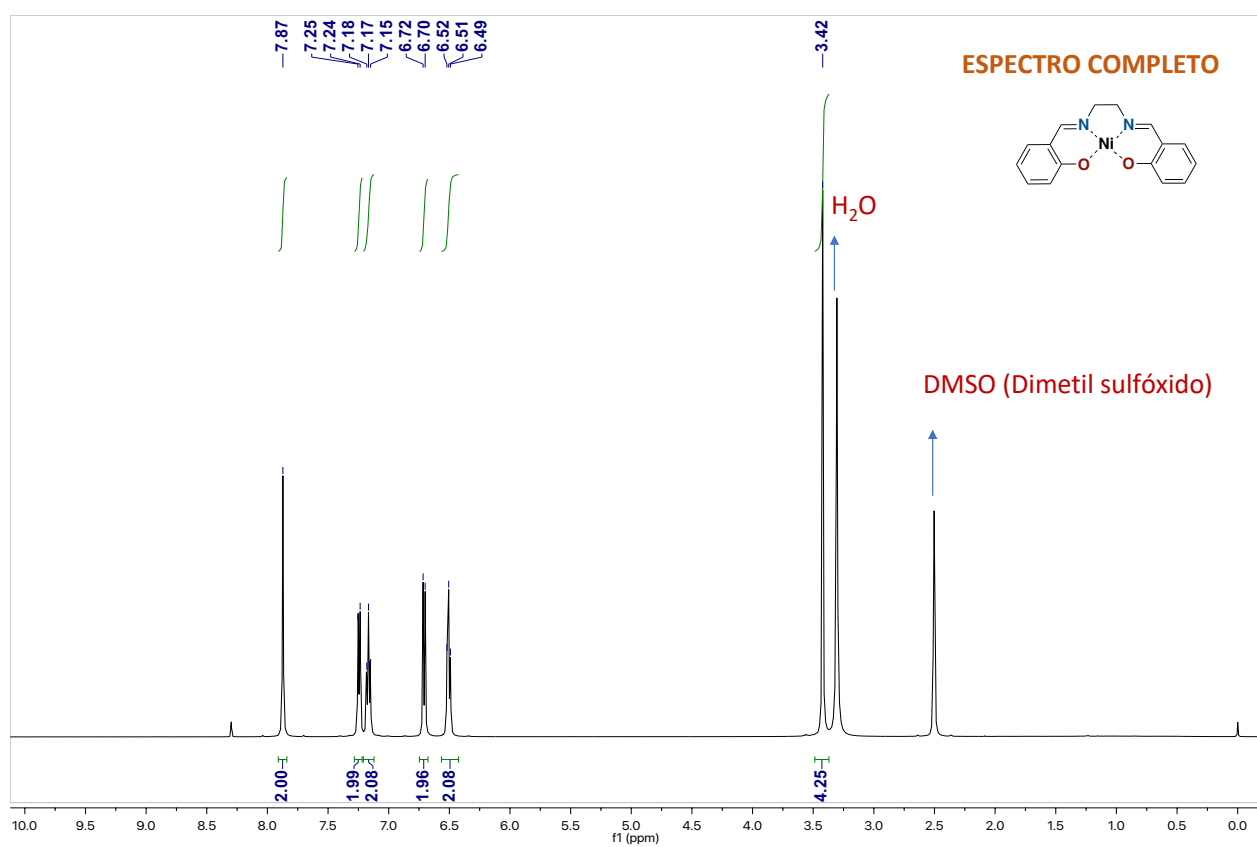
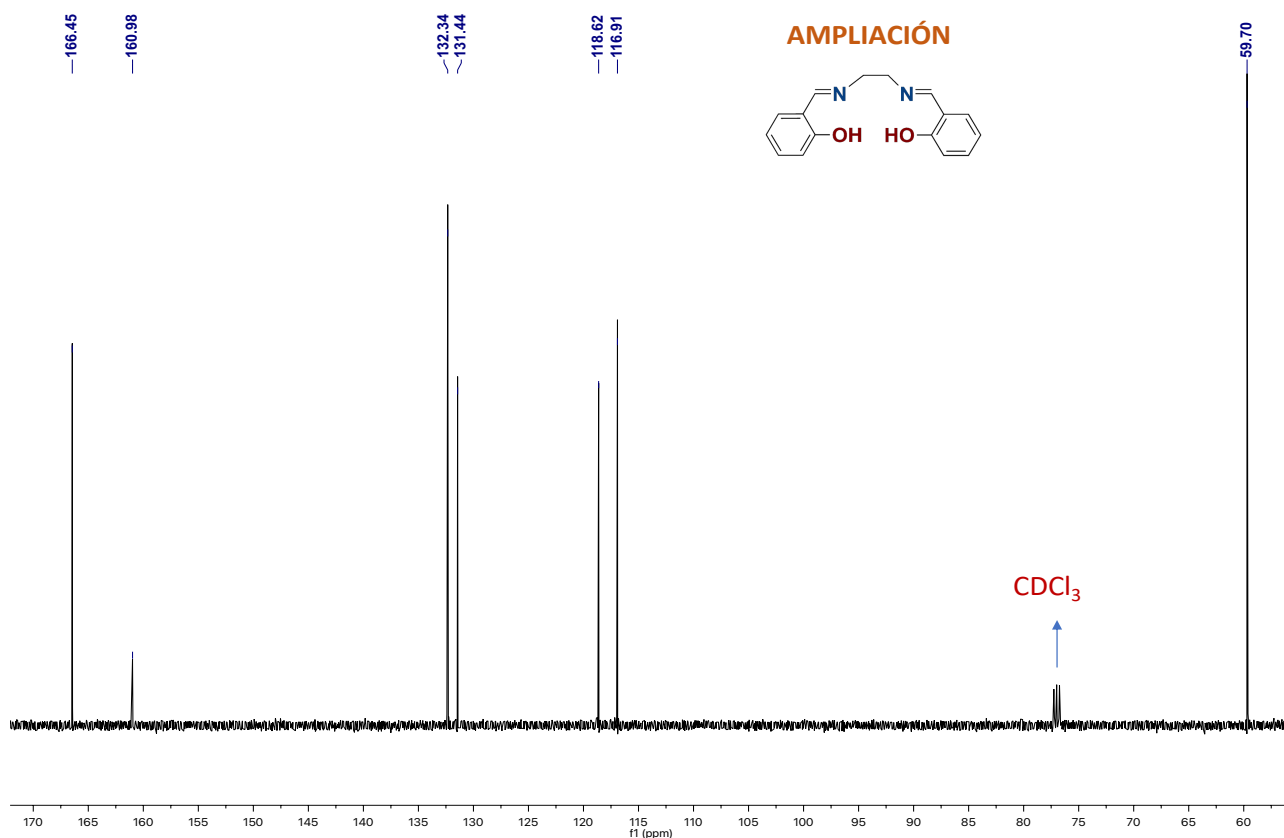
3. Basic Solid-State Chemistry. A. R. West. Ed. Wiley. New York (1988), pp. 281-297.
4. Química del Estado Sólido. L. Smart y E. Moore. Ed. Addison-Wesley Iberoamericana (1995), pp. 365-394.

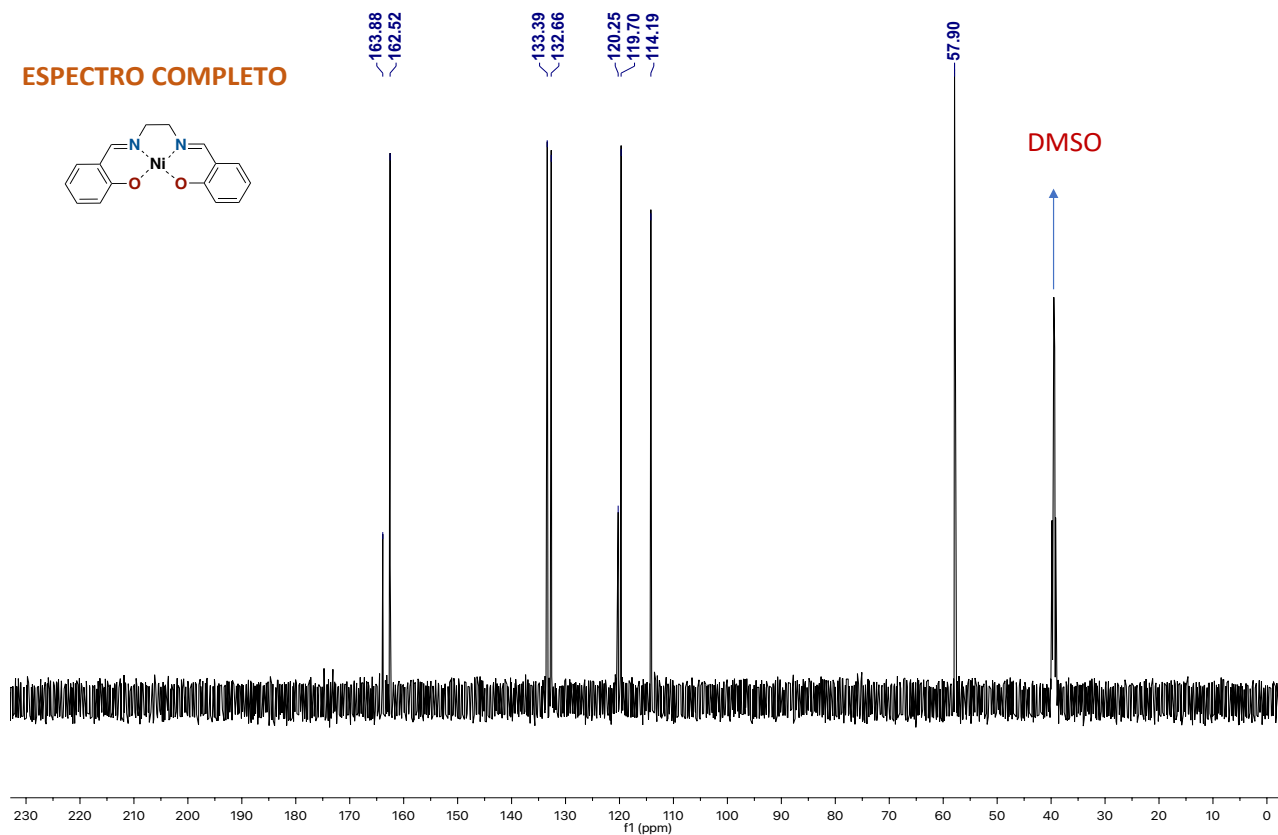
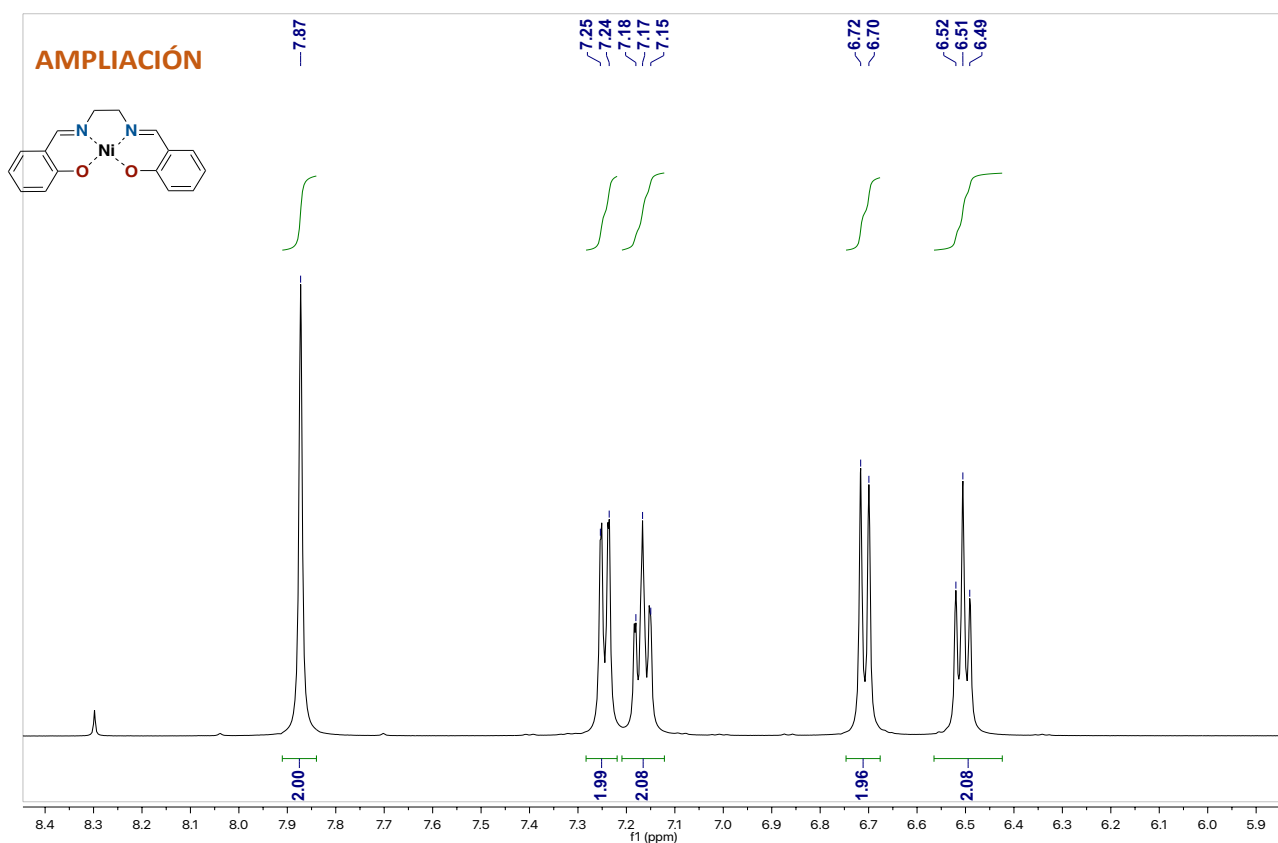
Anexo I

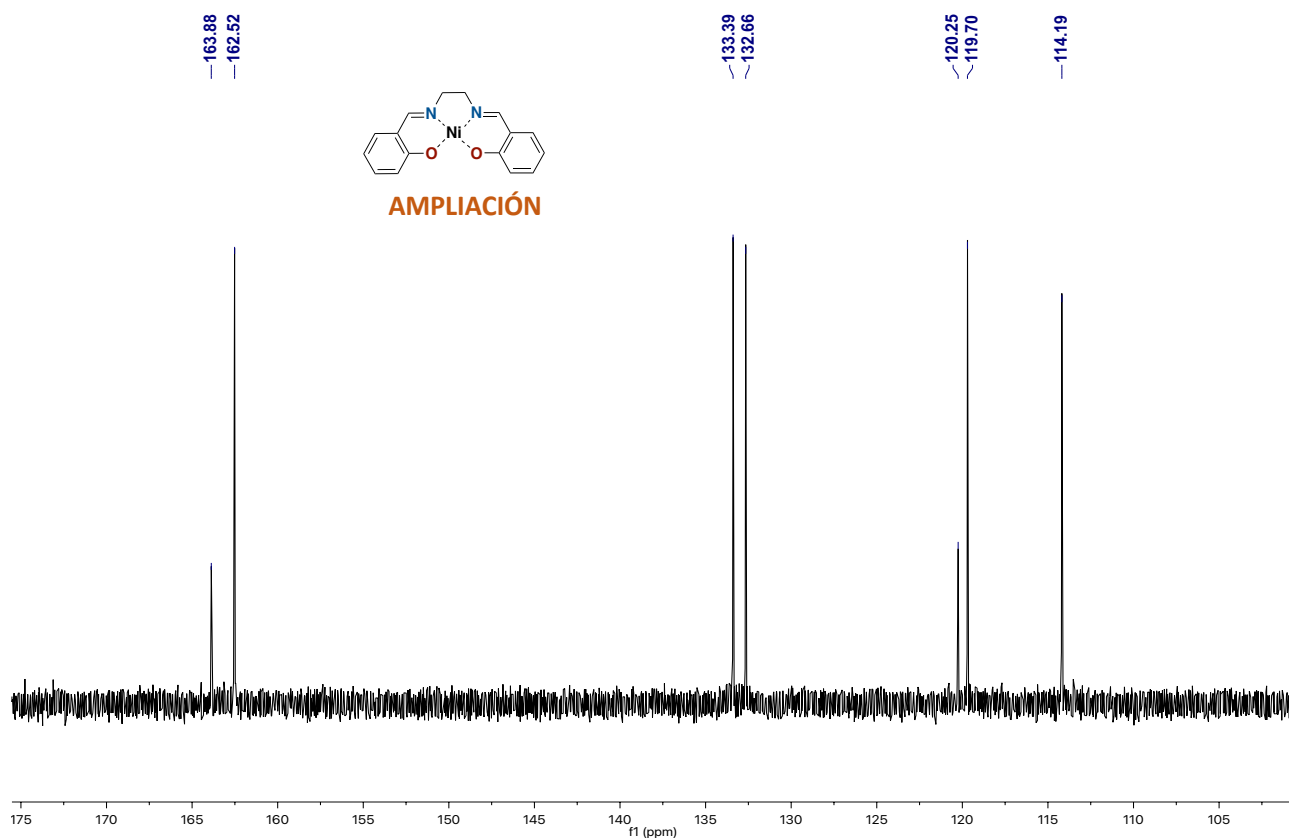
I. Resultados de RMN para ^1H y ^{13}C (Práctica 6)



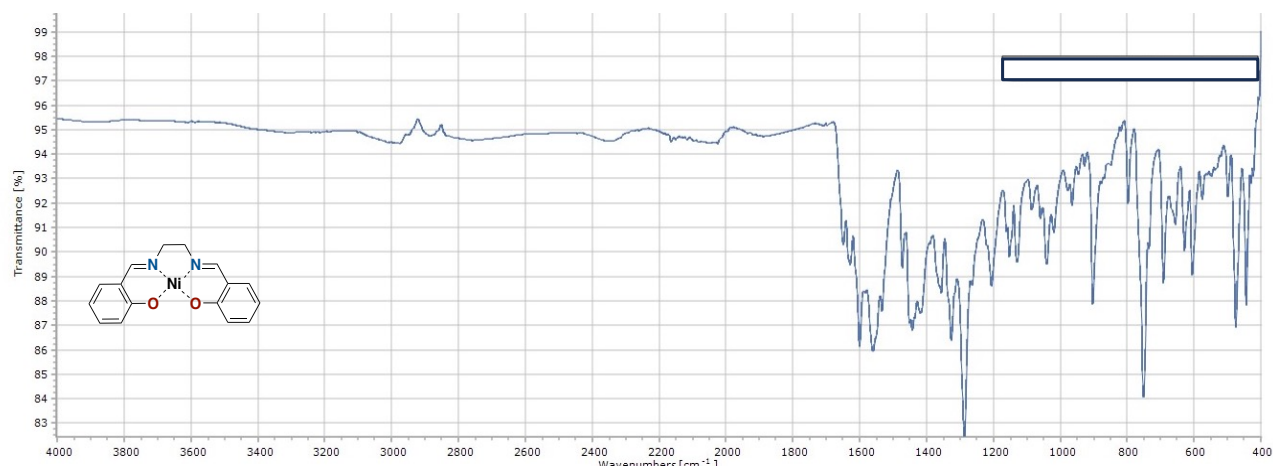
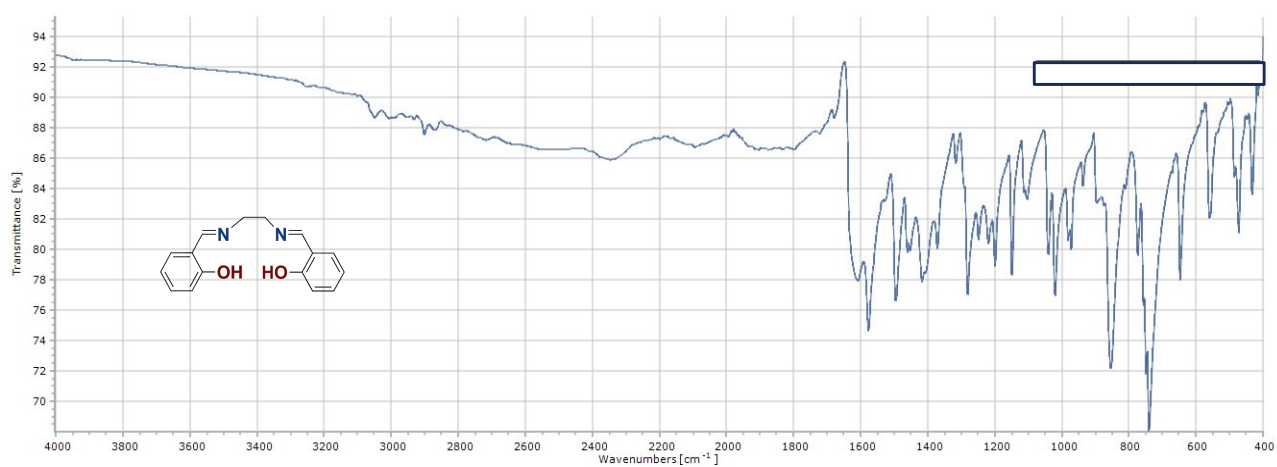








I.2 Resultados por FTIR (Práctica 6)



I.3 Resultados por DRX (Práctica 8)

