



Unidad Valle de las Palmas
Escuela de Ciencias de la Ingeniería
y Tecnología, ECITEC

Ciclo escolar 2017-2

Bioingeniería

Química Organometálica

Manual de Prácticas de Laboratorio

Dra. Ana Leticia Iglesias
Dr. Luís Villarreal Gómez



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
1	Química Organometálica	Introducción a la espectroscopia UV-Vis	3

I. Competencia:

El alumno conocerá la técnica de espectroscopia de UV-Vis, relacionando la estructura química con los diferentes tipos de transiciones. Determinará la λ_{\max} de diversas moléculas orgánicas, para obtener mediante la ley de *Beer*, la absorptividad molar de los compuestos químicos.

II. Fundamento:

III. Material y Equipo:

- 2 Vaso de precipitado de 100 ml
- 2 vasos de precipitados de 20 ml
- 1 pipeta de 10 mL
- 1 matraz de aforación de 10 mL
- 4 viales de 20 mL
- 1 propipeta
- 1 Espátula
- 1 agitador de vidrio
- Plancha de agitación
- 1 agitador magnético
- Agua destilada
- Diversos disolventes orgánicos:
 - Etanol
 - Acetona
 - Diclorometano
 - Metanol
 - Hexano
 - Tolueno

IV. Procedimiento:

a. Pruebas de solubilidad:

1. Realice pruebas de solubilidad a dos de los compuestos que se encuentran en la Tabla 1. Recuerde que puede iniciar con un disolvente



Prácticas de laboratorio

muy polar como etanol, e ir disminuyendo la polaridad, hasta llegar a hexano y/o tolueno.

2. Puede utilizar la información en su pre-laboratorio como punto de partida.
3. Anote sus resultados en la Tabla 1

b. Preparación de la disolución para UV-Vis

1. Tome el Peso molecular (PM) de las muestras problema, de su pre laboratorio
2. Realice el cálculo para preparar soluciones 5×10^{-3} M de los compuestos elegidos, utilizando un volumen = 10 mL (las formulas se encuentran en la sección de resultados)
3. Escriba sus resultados en la Tabla 2
4. Disuelva el compuesto en 6 mL del disolvente apropiado en un vaso de precipitados de 20 mL
5. Pase el contenido del vaso de precipitados a un matraz de aforación de 10 mL, con la pipeta, añada el volumen necesario de disolvente para llegar a la línea de aforación del matraz.
6. Tape y agite el matraz.

c. Medición de UV-Vis

1. Vacíe una porción de su disolución a una celda de UV-Vis.
2. Llene otra celda de UV-Vis con el disolvente en el que preparo su disolución, este será su blanco.
3. Tome en el equipo de UV-Vis la medición del blanco.
4. Tome la lectura de su muestra problema, observando la λ max y Absortividad de su compuesto, escriba su resultados en la tabla 3
5. Si al tomar la lectura de su compuesto, la absorbancia es mayor a uno, debe de diluir su disolución, como se indica a continuación.

d. Dilución de la muestra:

1. Tome con la micropipeta 1000 μ L (1 mL) de la disolución de la muestra concentrada, y páselos a otro matraz de aforación de 10 mL



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

2. Añada con una pipeta el disolvente necesario para llegar de nuevo a la marca de aforación.
3. Tape y agite el matraz nuevamente
4. Tome nuevamente el blanco.
5. Vacíe una porción de su nueva muestra diluida en una celda de UV-Vis.
6. Tome la lectura de su nueva solución.
7. Anote sus resultados en la tabla 3.
8. Calcule la nueva concentración de su solución

V. Resultados:

Tabla 1. Muestras para estudio UV-Vis

Código	Nombre	Estructura	Grupo Funcional	Disolvente
A	Aspirina			
B	Ac. Salicílico			
C	benzofenona			
D	1,10 fenantrolina			
E	Isoftaldehido			
F	naftaleno			



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

a. Cálculos:

$$\text{Moles} = \text{gramos compuesto} / \text{PM}$$

$$\text{Molaridad} = \text{Moles de soluto} / \text{Volumen solución (L)}$$

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad C = \text{Concentración, } V = \text{Volumen}$$

$$A = \epsilon cl \quad \text{donde:}$$

A = Absorbancia, ϵ = Coeficiente de extinción Molar, c = concentración (M), l = grosor de la celda (cm)

Tabla 2. Preparación de soluciones para UV-vis

Código	Muestra	Molaridad	Volumen	# de Moles	gr a pesar

Tabla 3. Lecturas de UV-Vis

Código	Muestra	λ_{max}	Absorbancia



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Las gráficas las puede incluir por separado, sobre todo si están en Excel.

b. Grafica de Absorbancia vs longitud de onda muestra _____

c. Grafica de Absorbancia vs. Longitud de onda muestra _____



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

VII. Conclusión:



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

**Pre-Laboratorio 1:
Introducción a la espectroscopia UV-Vis**

Nombre _____

No. Equipo _____

1. Anote el nombre de la práctica.

2. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

- a) Realice una tabla que incluya la estructura química, solubilidad y peso molecular de los siguientes ligantes: ácido acetil salicílico, ácido salicílico, benzofenona, 1,10 fenantrolina, 1, 3 isoftaldehído, naftaleno.
- b) Elabore una lista de los reactivos a utilizar en la práctica, escriba las precauciones y la forma de disposición para cada una de ellas.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
2	Química Organometálica	Campo Cristalino: Serie espectroscópica	3

I. Competencia:

Determinará la $10Dq$ o ΔE , para una serie de ligantes monodentados y bidentados de complejos de Cu(II), midiendo la λ_{max} utilizando la fórmula $\Delta E = hc/\nu$ para el cálculo de $10Dq$; obteniendo la serie espectroquímica para esta serie de ligantes.

II. Fundamento

III. Material y Equipo:

- 6 Vaso de precipitado de 100 ml
- 2 vasos de precipitados de 20 ml
- 1 vaso precipitados de 250 ml
- 1 embudo de filtración
- 3 pipeta de 5 ml
- 1 propipeta
- 6 tubos de ensayo con rosca 150 x 10 mm
- 1 plancha de calentamiento
- 1 Vidrio de reloj
- 1 Espátula
- 1 agitador de vidrio
- Papel filtro
- 1 probeta de 10 ml
- 1 gradilla para tubos
- 4 pipetas desechables
- Solución 0.10M de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$
- Solución 1% de dimetilglioxima en etanol
- Solución de etilendiamina al 5%
- HCl 1M
- Sulfato de Cobre ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)
- Bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$)
- Cloruro de Sodio (NaCl)
- Hidróxido de amonio (NH_4OH)
- Glicina ($COOHCH_2NH_2$)



Prácticas de laboratorio

IV. Procedimiento:

a. Preparación del cis-bis(glicinato) monohidrato Cobre(II), $\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Pese 0.5 gr de sulfato de cobre (II) pentahidratado $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, es un vaso de precipitado de 100 ml y adicione 3 mL de HCl 1M. Anote la cantidad de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en la tabla 1.
2. Cuando el complejo se disuelva añada 0.25 gr de glicina $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ a la solución. Anote la cantidad de $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ en la tabla 1.
3. En un baño de agua coloque la solución anterior, caliéntela por 60 min (no deje ebullición el agua del baño María).
4. Añada bicarbonato de sodio NaHCO_3 , en pequeñas porciones hasta que la solución precipite y la evolución de CO_2 cese. NO añada agua o lave con agua pues afectara el rendimiento de reacción.
5. Filtre a vacío la solución y deje secar en el papel filtro.
6. Tare en la balanza un vaso de precipitados de 100 ml y coloque el complejo seco del paso 5. Anote el peso en la tabla 1.
7. Añada 20 mL de agua desionizada a vaso de precipitados y colóquelo en un baño María (80-90°C). Agite la solución hasta que el sólido se disuelva.
8. Cuando el $\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ se disuelva, pueden quedar impurezas en la solución, filtre (por gravedad) la solución caliente. Conserve el filtrado, esta solución se utilizara para la medición espectroscopia. Anote en su bitácora todas las observaciones pertinentes.

b. Preparación y medición de λ_{max} de complejos monodentados de Cu(II)

A) Complejo $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$

1. Tome 10 ml de una solución 0.10M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
2. Utilizando una pipeta desechable de plástico transfiera 1 ml a un tubo de ensayo y añada 2 ml de agua desionizada para diluir.
3. Coloque aprox 1 ml en una celda para UV y registre el λ_{max} . Si hay más de un pico, solo registre el pico con la mayor longitud de onda. Si la absorbancia A es mayor 2, diluya la solución con un poco más de agua. El intervalo de A debe estar entre 0.1 y 2.0. Anote en su bitácora todas las observaciones pertinentes.



Prácticas de laboratorio

B) Complejo CuCl_4^{2-}

1. Utilizando una probeta, añada 5 ml de la solución 0.10M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a un vaso de precipitados de 100 ml.
2. Añada de 10 a 12 ml de agua desionizada y 2gr de cloruro de sodio NaCl
3. Coloque aprox 1 ml en una celda para UV y registre el λ_{max} . Anote en su bitácora todas las observaciones pertinentes.

C) Complejo $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$

1. Utilizando una probeta, añada 5 ml de la solución del complejo de Complejo CuCl_4^{2-} a un tubo de ensayo
2. Añada de 1 ml de hidróxido de amonio concentrado NH_4OH (realice este paso en la campana), inicialmente un complejo azul pálido correspondiente al hidróxido de Cu (II) precipita. Este debe disolverse al agitar. Si es necesario añada un poco mas de NH_4OH
3. Coloque aprox 1 ml en una celda para UV y registre el λ_{max} . Anote en su bitácora todas las observaciones pertinentes.

c. Preparación y medición de λ_{max} complejos bidentados de Cu(II)

D) $\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Tome el espectro UV del filtrado del paso A8, registre el λ_{max} .

E) $\text{Cu}(\text{dmg})_2$

1. Coloque 1 ml de una solución 0.10M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en tu tubo de ensaye.
2. Añada 1 ml de una solución al 1% de dimetilglioxima. Agite la solución.
3. Añada 5 ml de agua desionizada. Agite la solución.
4. Coloque aprox 1 ml en una celda para UV y registre el λ_{max} .

F) $\text{Cu}(\text{ox})_2]^{2-}$

1. Repita el paso 1E y 2E. Pero en esta ocasión añada 1 ml de una solución saturada de oxalato de potasio. Agite la solución



Prácticas de laboratorio

2. Si aparece un precipitado, añada agua destilada en incrementos de 5mL, después de cada adición agite la solución. Repita este paso hasta que se disuelva el precipitado.
3. Coloque aprox 1 ml en una celda para UV y registre el λ_{max} .

G) Complejo $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$

1. Coloque 1 ml de una solución 0.10M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en tu tubo de ensaye

V. Resultados:

Tabla 1. **Preparación del cis-bis(glicinato) monohidrato Cobre(II), $\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$**

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ gr	
$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$	
PM de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	
PM $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$	
Moles $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	
Moles $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$	
Reactivo limitante	
gr $\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ esperados	



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

gr Cu(gly) ₂ .2H ₂ O obtenidos	
Rendimiento de reacción	

Tabla 2. Medición de λ_{\max} de complejos monodentados de Cu(II)

Solución	Picos en espectro de UV	λ_{\max}
Cu(H ₂ O) ₄ . ²⁺		
CuCl ₄ ²⁻		
Cu(NH ₃) ₄ . ²⁺		

Tabla 3. Medición de λ_{\max} de complejos bidentados de Cu(II)

Solución	Picos en espectro de UV	λ_{\max}
Cu(gly) ₂ .2H ₂ O		
Cu(dm _g) ₂		
Cu(ox) ₂] ²⁻		



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Complejo $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$		
--	--	--

Tabla 4. Calculo de ΔE para los complejos de Cu(II).

Solución	ΔE
$\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$	
CuCl_4^{2-}	
$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$	
$\text{Cu}(\text{gly})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	
$\text{Cu}(\text{dmg})_2$	
$\text{Cu}(\text{ox})_2^{2-}$	
Complejo $[\text{Cu}(\text{en})_2]^{2+}$	

Cálculos:

Muestre el cálculo de ΔE para uno de los complejos, para el resto solo escriba el resultado en la tabla 4.



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS**

Prácticas de laboratorio



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Pre-Laboratorio 2
Campo Cristalino: serie espectroscópica

Nombre _____ *Grupo* _____ *No. Equipo* _____

3. Anote el nombre de la práctica.

4. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

- c) Busca la estructura de las ligantes: 1.10 fenantrolina, etilendiamina, glicina,ac. Tartárico.
- d) Investigue el peso molecular de la glicina y sulfato de cobre (II)
- e) Elabore una lista de los reactivos a utilizar en la práctica, escriba las precauciones y la forma de disposición para cada una de ellas.



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS**

Prácticas de laboratorio



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
3	Química Organometálica	Efecto quelato	3

I. Competencia:

Comprenderá el efecto que tienen los ligantes polidentados sobre los monodentados, apreciando el efecto quelato, en el orden de sustitución; para poder predecir la reactividad de los complejos de coordinación.

II. Fundamento

III. Material y Equipo:

- 12 tubos de ensaye con rosca de 150 x 10 mm
- 2 vasos de precipitados de 50 ml
- 1 pipeta de 5 ml
- 5 pipetas Pasteur desechables
- 1 agitar de vidrio
- 1 gradilla para tubos
- Solución 0.025 de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- Solución al 5% de etilendiamina
- Solución al 15% de trien
- Solución 1M piridina
- Solución 1M de 2,2 bipyridina
- Solución 0.10M de $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- Solución 6M de NH_3
- Solución 1M de NH_3

IV. Procedimiento:

A) Soluciones de Cobre (II)

1. Coloque 4 ml de una solución 0.025M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en tres tubos de ensayo (estos serán sus controles de reacción).
2. Adicione a cada uno de ellos
 - i. 20 gotas (1 ml) de amonía (NH_3) 1M
 - ii. 20 gotas (1mL) de etilendiamina (en) al 5%
 - iii. 20 gotas (1mL) de trietilenetetramina (trien) al 15%



Prácticas de laboratorio

3. Coloque 4 ml una solución 0.025M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en otros tres tubos de ensayo (la solución es de color azul cielo), adicione:
 - i. 1 ml de NH_3 a cada uno de los tubos, agite la solución, observe el cambio de color
 - ii. Adicione 1 ml de etilendiamina al 5% a dos de los tres tubos anteriores, agite las soluciones, hasta que adquieran un color púrpura intenso.
 - iii. Adicione 1 ml de solución *trien*, a uno de los tubos que contienen el complejo cobre (*en*), hasta que adquiera una coloración azul marino oscura. Escriba sus anotaciones.
 - iv. Adicione un exceso de solución en, al tubo que contiene el complejo cobre(*trien*). Anote sus observaciones
 - v. Añada un exceso de solución 1M de amonía al tubo que contiene el complejo de cobre(*en*). Anote sus observaciones.

B) Soluciones Cu(II) ligantes aromáticos

1. Coloque 4 ml una solución 0.025M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en dos tubos de ensayo (la solución es de color azul cielo), estos serán sus controles adicione:
 - i. 1 ml de solución de piridina 1M
 - ii. 1ml de solución 1M de 2,2' bipyridna (*bipy*)
2. Coloque 4 ml de una solución 0.025M de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en otros dos tubos de ensayo, adiciones
 - i. 1 ml de piridina a cada uno de ellos, agite bien, hasta que los tubos adquieran una coloración azul cielo intenso.
 - ii. Adicione un 1 ml de solución de bipyridina, a uno de los tubos que contiene el complejo cobre(*piridina*), agite bien, hasta que la solución adquiera un color acuamarino.
 - iii. Adicione 1 ml de solución de piridina a la solución que contiene el complejo cobre(*bipy*), agite bien. Escriba sus anotaciones.



Prácticas de laboratorio

C) Soluciones con Ni(II)

1. Adicione 4 ml de solución 0.10M de $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a dos tubos de ensayo, añada
 - i. 1ml de solución 6M de amonia
 - ii. 1ml de unas solución al 30% de en
2. En otros dos tubos de ensayo coloque 4 ml de la solución de Ni(II), que es de color verde claro. Adicione un 1m de solución 6M de amonio a ambos tubos, agite la solución hasta que adquiriera un color azul cielo.
3. Adicione 1 ml de solución de en al 30% a uno de los tubos, agite la solución hasta que adquiriera un color magenta.
4. Adicione 1 ml mas de solución 6 M NH_3 al tubo que contiene el complejo de Ni (en), escriba sus observaciones

V. Resultados:

Tabla 1. Efecto del quelato en soluciones de Cu (II)

Solución 1	Solución 2	Color	Observaciones



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Tabla 2. Efecto quelato en soluciones de Cu(II) ligantes aromáticos

Solución 1	Solución 2	Color	Observaciones



Prácticas de laboratorio

Tabla 3. Efecto quelato para soluciones de Ni(II)

Solución 1	Solución 2	Color	Observaciones

VI. Análisis de Resultados

- Dibuje la estructura de los complejos formados en cada una de las pruebas anteriores (A-C), clasifíquelos como estructura octaédrica o tetraédrica o plano cuadrada
- Explique porque las soluciones no regresan a su color original, después de agregar un exceso del ligante en los incisos A3V, B3iii y C4.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Pre-Laboratorio 3
Efecto quelato

Nombre _____ *Grupo* _____ *No. Equipo* _____

5. Anote el nombre de la práctica.

6. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

- a) Investigue cual es la geometría esperada para las especies de Cu(II) y Ni(II)
- b) Brevemente describa el efecto quelato y las razones de su estabilidad.
- c) Influye la teoría del campo cristalino en el efecto quelato? Justifique su respuesta.
- d) Realice una lista de los reactivos que utilizara en la práctica, mencione las precauciones de manejo y disposición de residuos.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
4	Química Organometálica	Síntesis de <i>trans</i> -diclorobis(1,2 diamonoetano) Cobalto III	4

I. Competencia:

El alumno aprenderá a sintetizar compuestos de coordinación, utilizando la teoría de ligante y complejo, así como la isomería en compuestos inorgánicos.

II. Fundamento

En este experimento preparara un complejo de Co(III) con el ligante bidentado etilendiamina.

III. Material y Equipo:

- 1 manta de calentamiento
- 2 vasos de precipitado de 250 m
- 2 vasos de precipitados de 100 ml
- 1 pipeta de 5 ml
- 1 pipeta de 1 ml
- 1 tupo de precipitados de 150 x 10 mm
- 1 vidrio de reloj
- 1 agitar de vidrio
- 1 pipeta de 10 ml
- espátula
- 1 termómetro
- 1 vaso de precipitados de 50 mL
- Papel tornasol o papel pH

IV. Procedimiento:

Seguridad:

- Utilice guantes para manejar las soluciones de etilendiamina y peróxido de hidrogeno al 30% y HCl 12M pueden causar quemaduras severas
- No intente oler ninguna solución, pues resultan irritantes en altas concentraciones
- Utilice sus lentes de seguridad



Prácticas de laboratorio

trans-diclorobis(1,2 diamonoetano)Cobalto (III)

OPCION A

1. En un vaso de precipitados de 100 ml, disuelva 2.0 gr de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 5 ml de agua, agite hasta disolver.
2. Disuelva 1 ml etilendiamina en 5 ml de agua (en la sección de cálculos, obtenga la concentración de esta solución)
3. Lentamente adicione con agitación constante la solución de etilendiamina a la solución de Co(II) . Anote cualquier cambio en sus observaciones.
4. Coloque la mezcla en un baño de hielo, y espere a que la solución baje a 5°C
5. Adicione 2 ml de solución de peróxido de hidrogeno H_2O_2 [*VIGILE QUE NO SE DERRAME SOBRE PIEL Y OJOS*], al 30% lentamente, la temperatura no debe de subir por arriba de 5°C , después de cada adición agite y observe la temperatura cuidadosamente.
6. Una vez terminada la adición, caliente la solución en un baño maría ($60\text{-}70^\circ\text{C}$) por espacio de 15 a 20 minutos
7. Adicione 4 mL de HCl concentrado, evapore la solución en baño maría, con agitación ocasional hasta un volumen de 10 ml aproximadamente.
8. Enfríe la solución en baño con hielo, y adicione 3 ml de etanol, deje enfriar por espacio de 10 minutos.
9. Filtre la solución, los cristales verdes son con el complejo de Co (III) con HCl y agua coordinados.
10. Seque los cristales al vacío.
11. Para eliminar el HCl de cristalización, coloque los cristales verdes en un vaso de precipitados de 50 ml y adicione 5 ml de metanol, agite vigorosamente con un agitador.
12. Transfiera el contenido del vaso a un tubo de precipitados de 150 x 10 mm, y colóquelo en un baño de agua calentando suavemente al principio, hasta eliminar el metanol y el HCl de la muestra. Puede corroborar utilizando papel pH
13. Hervir el tubo de ensayo por espacio de 15 minutos después de que se evaporó el metanol, normalmente es suficiente para eliminar el HCl residual.
14. El producto es un sólido verde claro.



Prácticas de laboratorio

OPCION B

1. En un vaso de precipitados de 100 ml, disuelva 2.4 gr de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 8 ml de agua, agite hasta disolver.
2. Disuelva 2 ml etilendiamina en 10 ml de agua (en la sección de cálculos, obtenga la concentración de esta solución)
3. Lentamente adicione con agitación constante 8 ml de la solución de etilendiamina a la solución de Co(II). Anote cualquier cambio en sus observaciones.
4. Prepare 12 ml de una solución al 10% de H_2O_2 a partir de la solución concentrada al 30%.
5. Lentamente adicione 8 ml de la solución al 10% de H_2O_2 , a la solución de etilendiamina, deje el vaso en reposo por espacio de 5 minutos, anote cualquier cambio de color en sus observaciones.
6. Lave el vaso de precipitados con 8 ml de agua de ionizada.
7. Coloque el vaso de precipitados en un baño maría, y adicione 12 ml de HCl concentrado, anote cualquier cambio que se lleve a cabo.
8. Caliente la solución a evaporación hasta que el volumen haya disminuido un cuarto del original.
9. Al evaporarse la solución, se formaron cristales sobre las paredes y la solución. No deje evaporar completamente la solución.
10. Coloque el vaso en un baño de hielo, y deje que se enfríe por espacio de 5 minutos
11. Adicione 4 ml de etanol, para promover la cristalización. Deje reposar otros 5 minutos
12. Filtre su solución.
13. Lave el precipitado con 4 ml de etanol dos veces.
14. Evapore el resto del metanol, mediante un baño, sobre un vidrio de reloj.
15. Guarde su producto en un vial, que incluya la fórmula, el PM, la fecha y los integrantes del equipo. Utilizará en complejo para experimentos posteriores.

Síntesis de cis-diclorobis(1,2 diamonoetano) Cobalto III

1. Adicione 0.2 gr del complejos *trans* en un vidrio de reloj. Disuelva el sólido en 6ml de agua, déjala reposar por espacio de 10 min.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

2. Coloque el vidrio de reloj sobre un baño de agua hirviendo, concentrar hasta secado completo. Se formara un compuesto morado, con aspecto vidrioso.

V. Cálculos.

VI. Resultados:

Tabla 1. Rendimiento de $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}$

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ gr	
PM $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	
Moles $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	
$[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}$ gr esperados	
$[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}$ gr obtenidos	
% de reacción.	

VII. Análisis de Resultados

- a) Explique porque hay un cambio de color, al adicionar etilendiamina al complejo de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$?



Prácticas de laboratorio

Pre-Laboratorio 4:

Síntesis de *trans*-diclorobis(1,2 diamonoetano) Cobalto III

Nombre _____ *Grupo* _____ *No. Equipo* _____

7. Anote el nombre de la práctica.

8. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

- e) Investigue cuál o cuáles son los estados de oxidación más comunes para el Cobalto, escriba la formula y el nombre de algunos de ellos.
- f) Mencione cual es la diferencia entre un complejo inerte y unos lábil. Proporcione algunos ejemplos.
- g) Calcule el PM de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y etilendiamina
- h) Realice una lista de los reactivos que utilizara en la práctica, mencione las precauciones de manejo y disposición de residuos.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
5	Química Organometálica	Interpretación de IR	2

I. Competencia:

El alumno conocerá las vibraciones de los principales grupos funcionales de química orgánica, para poder interpretar los espectros de Infrarrojo de diversos compuestos y materiales.

II. Fundamento

III. Material y Equipo:

Tabla de vibración de compuestos orgánicos

Lápiz.

IV. Procedimiento:

Resuelva los siguientes ejercicios.

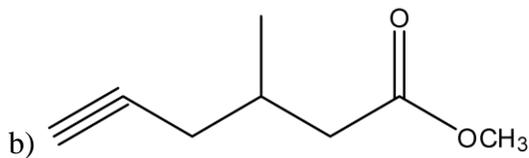
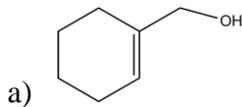
1. La acetona y el 2 propen-1-ol son isómeros ¿Cómo puede distinguirlos por espectroscopia de IR?
2. Que grupos funcionales pueden contener las siguientes moléculas?
 - a. Un compuesto con absorción fuerte en 1710 cm^{-1}
 - b. Un compuesto con absorción fuerte en 1540 cm^{-1}
 - c. Un compuesto con absorción fuerte en 1720 cm^{-1} y en 2500 a 3100 cm^{-1}



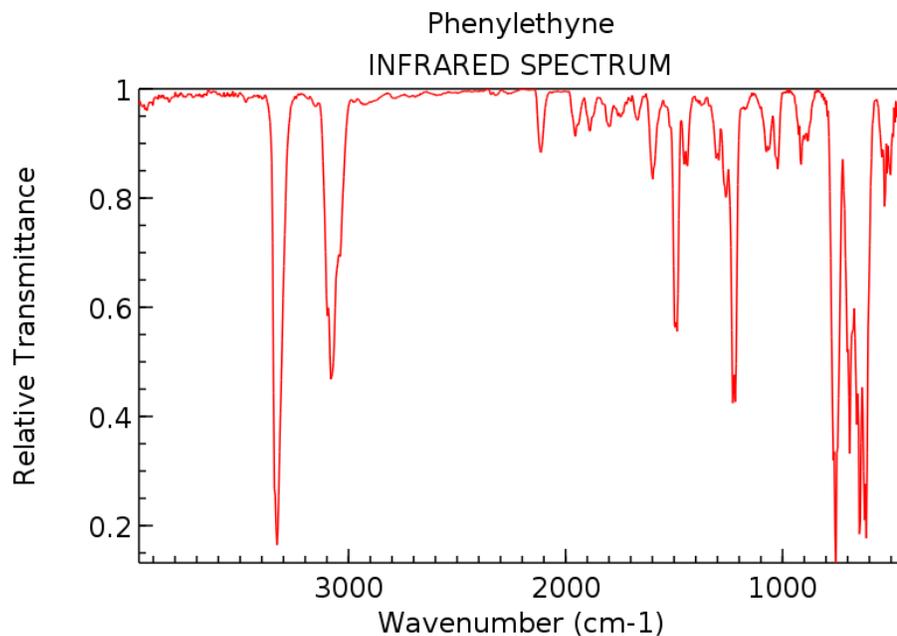
Prácticas de laboratorio

3. ¿Cómo puede utilizar la espectroscopia de IR para distinguir los siguientes pares de isómeros
- Etanol y dimetileter.
 - Ac propiónico y 3-hidroxi-propanal
 - Ciclohexano, 1-ciclohexeno

4. Donde pueden tener absorciones IR los siguientes compuestos.



5. En la figura se muestra el espectro del fenilacetileno. Identifique las bandas de IR de los grupos funcionales y calcule el número de insaturaciones.

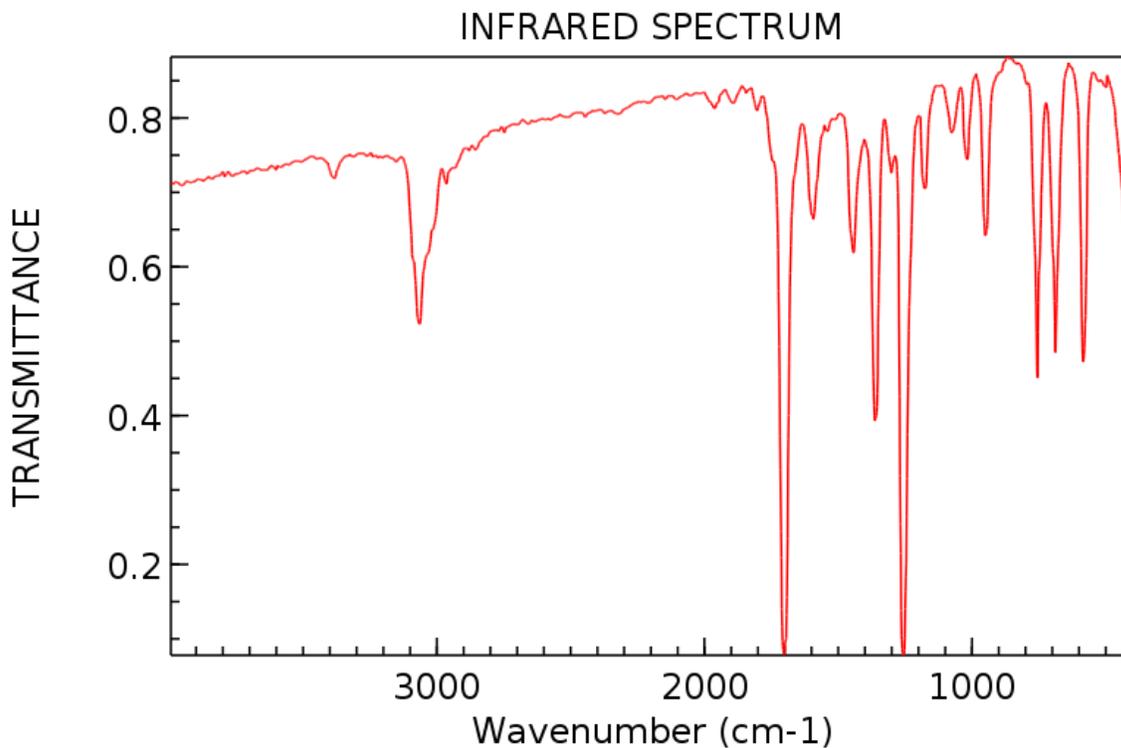


NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)



Prácticas de laboratorio

6. Proponga estructuras para los compuestos que coincidan con las siguientes descripciones
- Un compuesto ópticamente activo $C_5H_{10}O$, con una absorción IR en 1730 cm^{-1}
 - Un compuesto ópticamente activo C_5H_9N , con una absorción en IR en 2215 cm^{-1}
7. En la siguiente figura se muestra un espectro de un compuesto desconocido; que grupos funcionales presenta? Prediga que compuesto es, si tiene una fórmula molecular de C_8H_8O



NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
6	Química Organometálica	Bioinorgánica: Síntesis y estudio de un complejo de Co (II) acarreador de Oxígeno: modelo para la hemoglobina	6

I. Competencia:

El alumno prepara un complejo de Co(II), que modela el comportamiento químico de sistemas biológicos de proteínas que contienen metales, como las hemoproteínas: hemoglobina. Aplicara sus conocimientos de IR para la caracterización de los compuestos bioinorgánicos.

II. Fundamento

III. Material y Equipo:

- Aparato para determinar punto de fusión
- Matraz Buchner
- matraz bola 100 mL o 50 mL
- refrigerante
- Mangueras de látex
- manta de calentamiento
- controlador de temperatura
- plancha de agitación
- agitador magnético
- Acetato de Cobalto (II). $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- salicilaldehído
- etanol al 95%
- etilendiamina



Prácticas de laboratorio

IV. Procedimiento:

a. Síntesis de H₂Salen

1. En un matraz bola de 100 ml, añada 3.4 ml de salicilaldehido disueltos en 40 ml de etanol
2. Añade 1.08 ml de etilendiamina lentamente a la solución anterior, adicione el agitador magnético
3. Tome el refrigerante y coloque un poco de grasa de alta vacío sobre la boca esmerilada y conéctelo al matraz bola.
4. Coloque el sistema anterior sobre la manta de calentamiento, encienda la plancha de agitación y asegúrese que fluya agua por el refrigerante. Vea Figura 1.
5. Encienda la manta de calentamiento y deja la reacción en reflujo, por espacio de 30 min.

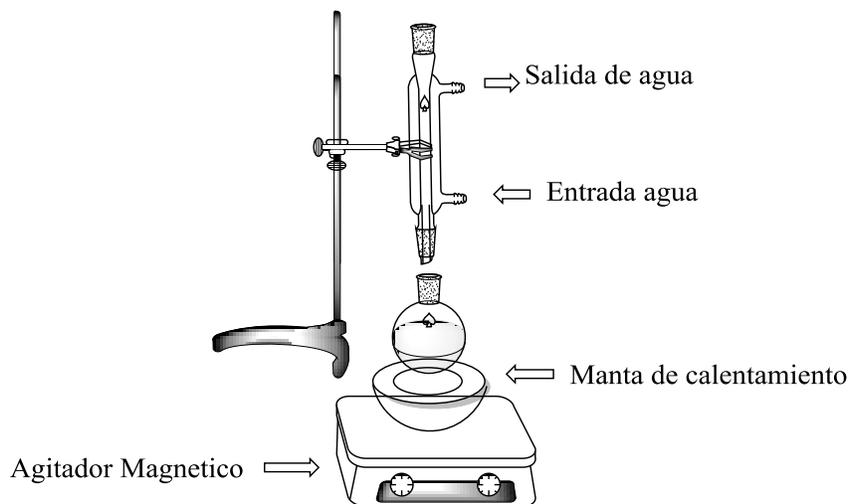


Figura 1. Sistema para Reflujo

6. Apague el calentamiento, deja enfriar el matraz bola, colóquelo sobre un baño de hielo, para acelerar la velocidad de cristalización del compuesto.



Prácticas de laboratorio

7. Limpia la boca del matraz bola, y filtre la solución al vacío, lave las hojuelas amarillo brillante con 5 ml de etanol frío.
8. Deje secar al aire su compuesto, determine el punto de fusión.
9. Haga el espectro de IR de su compuesto.

Esta preparación es sensible al aire, así que de preferencia trabaje bajo un flujo de Argón o Nitrógeno en una línea de vacío.

b. Preparación de CoSalen

1. Disuelva 1.6 gr de H₂Salen en 60 ml de etanol a 60-70°C (reflujo), espere a que se disuelva el ligante.
2. Una vez disuelto, añada 1.25 gr de Acetato de Cobalto tetrahidratado disueltos en 7 ml de una solución etanol:agua, con agitación continua, aproximadamente de 1 a 2 horas.
3. Durante este periodo, el complejo café “activo” se transforma lentamente en complejo rojo-ladrillo “inactivo”. Una vez formado el complejo, deje enfriar la solución a temperatura ambiente, y vierta la solución sobre un filtro de vidrio sinterizado (al aire).
4. Lave el precipitado café tres veces con etanol frío. Coloque el complejo en el desecador, y obtenga el rendimiento.
5. Lleve a cabo el espectro de infrarrojo.

c. Absorción de Oxígeno por el CoSalen en DMSO

1. Pese 0.1 gr de CoSalen, finamente molido y colóquelo en tubo de ensayo con un brazo. Transfiera 5 ml de DMSO y burbujee O₂ por algunos segundos.



V. Resultados:

Tabla 1. Síntesis del ligante salen

gr de salicilaldehído	
Moles de salicilaldehído	
gr de etilendiamina	
Moles de etilendiamina	
Relación molar	
gr teóricos	
gr experimentales	
Rendimiento de reacción	



Prácticas de laboratorio

Tabla 2. Síntesis de Complejo CoSalen

gr de SalenH ₂	
Moles de SalenH ₂	
gr de Co(CH ₃ COO) ₂	
Moles de Co(CH ₃ COO) ₂	
Relación molar	
gr teóricos	
gr experimentales	
Rendimiento de reacción	



Tabla No. 3. Caracterización de SalenH₂ y CoSalen

Ligante		Complejo	
Punto de fusión °C		Punto de fusión °C	
IR (bandas cm ⁻¹)		IR (bandas cm ⁻¹)	

VI. Análisis de Resultados

- a) Escriba las ecuaciones para síntesis del ligante salen y su correspondiente complejo de Co (II)

VII. Discusión de Resultados y/o preguntas.



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS**

Prácticas de laboratorio

IX. Observaciones y/o Notas:



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

X. Gestión de Residuos:

No deseche al fregadero ninguna sustancia química. Coloque los capilares utilizados en un vaso de precipitados proporcionado por su instructor. Utilice guantes para manejar los compuestos, tenga cuidado de no llevarse las manos a la boca. El complejo de Co(salen) es toxico, evite la inhalación de partículas de este producto. El DMSO no es toxico pero puede acarrear productos nocivos que se absorben a través de la piel. Evite el contacto de la piel con el DMSO.

XI. Bibliografía:



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Pre-Laboratorio 6

Bioinorgánica: Síntesis y estudio de un complejo de Co (II) acarreador de Oxígeno: modelo para la hemoglobina

Nombre _____ *Grupo* _____ *No. Equipo* _____

9. Anote el nombre de la práctica.

10. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

- i) Enliste las propiedades físicas del salicilaldehído, etilendiamina dibuje su estructura.
- j) Calcule el peso molecular de ambos compuestos.
- k) Investigue las propiedades físicas del compuesto salen, así como su peso molecular.
- l) Realice una lista de los reactivos que utilizara en la práctica, mencione las precauciones de manejo y disposición de residuos.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

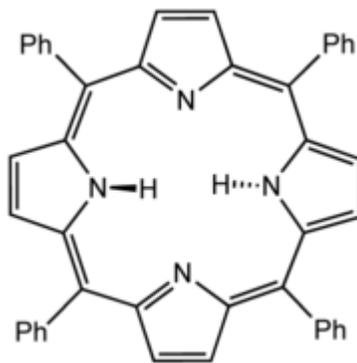
Prácticas de laboratorio

No. DE PRÁCTICA	LABORATORIO DE	NOMBRE	DURACIÓN (HORAS)
7	Química Organometálica	Química Bioinorgánica de Coordinación: Síntesis de Tetrafenilporfirato de Cu(II)	8

I. Competencia:

El alumno aplicara sus conocimientos de química de coordinación, para la síntesis de complejos bioinorgánicos que asemejan el comportamiento de sistemas biológicos

II. Fundamento



III. Material y Equipo:

- 1 Matraz bola de una boca 100 mL
- 1 Barra de agitación magnética
- 1 condensador
- 1 pipeta de 1 ml
- 1 pipeta de 2 o 5 ml
- Una placa cromatográfica para TLC
- Envase para revelar placas TLC
- Lámpara de UV
- Gabinete para UV
- Líneas de vacío/Argón



IV. Procedimiento:

A) Síntesis de meso-tetrafenilporfirina $C_{44}H_{30}N_4$ (H_2TPP)

1. Coloque una barra de agitación magnética en un matraz bola de una boca de 100ml, añada 40 ml de ácido propiónico. Acondicione el matraz con un refrigerante, ponga un poco de grasa para alto vacío en la boca del matraz. Deje el extremo del refrigerante abierto.
2. Caliente el ácido a reflujo en una manta de calentamiento, regulada por un reóstato.
3. Cuando el ácido propiónico empiece a ebullición, añada una mezcla de 1.65 ml (15.75 mmol) de benzaldehído y 1 ml de pirrol (14.4mmol), a través del tubo condensador
4. Lave el benzaldehído y el pirrol adiciónador por condensador con 10 ml de ac. Propiónico
5. Continúe con el reflujo por 30 min, apague el calentamiento remueva la manta, el condensador y deja enfriar por unos minutos.
6. Filtre la solución, lave con un poco de metanol, hasta que las aguas de lavado sean transparentes, y los cristales de H_2TPP sean de color morado.
7. Seque los cristales al aire.
8. Calcule el rendimiento.
9. Realice un espectro de UV-Vis del ligante en diclorometano, a una concentración de 1×10^{-5} M
10. Obtenga el espectro de 1H RMN

B) Tetrafenilporfirato de Cu (II) $Cu(TPP)$.

1. Coloque 0.1 gr (0.16mmol) de H_2TTP en un matraz bola de una boca, equipado con un agitador magnético, añada 20 ml de N,N, dimetilformamida (DMF), y agite para disolver (no tiene que disolverse todo el ligante)
2. Añada 0.16gr (0.80mmol) de acetato de $Cu(II).H_2O$ a la solución anterior (morada), coloque un refrigerante sobre el matraz, y caliente el sistema con una manta de calentamiento controlada por reóstato.
3. Ponga la solución a reflujo por espacio de 30 min



Prácticas de laboratorio

V. Resultados:

Tabla 1. Rendimiento de Cu(II) TTP

Cu(Acetato) ₂ gr	
PM de Cu(Acetato) ₂	
Moles de Cu(Acetato) ₂	
H ₂ TPP gr	
PM de H ₂ TPP	
Moles de H ₂ TPP	
Cu(II) (TTP) gr	
Cu(II) (TTP) moles	
Rendimiento de Reacción	

Tabla. 2 UV-vis de los compuestos

Compuesto	Concentración	λ max			ϵ
H ₂ TPP					
Cu (II)(TTP)					



Tabla 3. Caracterización de H₂TPP y Cu(II) TPP

Ligante		Complejo	
Punto de fusión °C		Punto de fusión °C	
IR (bandas cm ⁻¹)		IR (bandas cm ⁻¹)	

VI. Análisis y Discusión de Resultados

- Obtenga un espectro de ¹H RMN de su porfirina, incluya una discusión de los picos más importantes
- Compare y contraste las semejanzas y diferencias de la caracterización del ligante y complejo.
- Mencione la importancia de la bioinorgánica



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
CENTRO DE INGENIERIA Y TECNOLOGIA
VALLE LAS PALMAS

Prácticas de laboratorio

Pre-Laboratorio 7

Química Bioinorganica de Coordinación: Síntesis de Tetrafenilporfirato de Cu(II)

Nombre _____ *Grupo* _____ *No. Equipo* _____

1. Anote el nombre de la práctica.

2. Escriba la competencia de la práctica.

Conteste las siguientes preguntas.

a) Realice una lista de los reactivos que utilizara en la práctica, mencione las precauciones de manejo y disposición de residuos.