



UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
ESCUELA DE QUIMICA
SECCION DE QUIMICA INORGÁNICA
QU-0473 LABORATORIO DE QUIMICA INORGANICA II

I. GENERALIDADES

Ubicación	Tercer año de la carrera de Bachillerato y Licenciatura en Química
Duración	Semestral
Intensidad	2 créditos
Horario	4 horas semanales
Línea curricular	Curso propio de la carrera
Requisitos	QU-0370
Correquisito	QU-0472
Período	Sexto ciclo, tercer año
Profesores	Dr. Leslie Pineda, Dr. Eduardo Libby, Dra. Mavis Montero

II. OBJETIVOS DEL CURSO

Exponer al estudiante a las técnicas más comunes de la Química Inorgánica práctica.

Sintetizar compuestos de los elementos representativos y de transición, materiales inorgánicos y demostrar algunas de sus propiedades.

III. DESCRIPCION DEL CURSO

Este laboratorio es el primer encuentro del estudiante con la Química Inorgánica experimental. Por lo tanto, abarca las técnicas básicas concernientes a un laboratorio de química inorgánica y ejemplifica la química de los elementos representativos y de transición.

IV. EVALUACION

La evaluación del laboratorio se efectuará de la siguiente manera:

Informes	50%
Desempeño	50%

V. METODOLOGIA Y OBSERVACIONES

a. Informes

Los informes deberán ser entregados a más tardar diez días hábiles después del día de la práctica. Se descontará 20 % de la nota por cada día de atraso.

Los informes serán presentados a **doble espacio** como si fueran un manuscrito por revisar para un artículo científico de *Inorganic Chemistry*. En general los artículos de la revista tienen las siguientes partes:

Introducción: Debe ser clara y concisa. Normalmente se menciona la importancia teórica o práctica del experimento realizado, así como su objetivo. Si se comentan trabajos pasados, se hace en pretérito.

Parte Experimental: Se escribe en pretérito por tratarse de un experimento ya terminado. Primero se debe mencionar el autor del procedimiento, junto con una cita bibliográfica, luego el origen de los reactivos y si se purificaron o no. También se indica en qué instrumento se hicieron mediciones o procedimientos especiales.

A continuación se detalla el procedimiento y las observaciones realizadas. Al indicar los reactivos siempre se ponen las cantidades. Por ejemplo: "...se agregó $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (7.21 g, 66.1 mmol) y se disolvió en etanol (150 mL) obtenéndose una disolución naranja..." Note el uso de 3 cifras significativas. Al final de cada procedimiento se debe indicar el porcentaje de rendimiento (use 2 cifras significativas) y los espectros, propiedades magnéticas, etc. Asegúrese de dar los datos con una exactitud adecuada al instrumento.

Resultados y discusión: Usualmente se discute la caracterización del producto obtenido o se analizan los datos y su concordancia con trabajos similares o predicciones teóricas. Se deben justificar todos los pasos experimentales, incluyendo reacciones donde sea pertinente.

Bibliografía: Constituye la información que llega a sustentar la veracidad de lo reportado; se recomienda consultar *al menos* tres fuentes, siendo una de ellas el procedimiento del experimento. Las referencias bibliográficas se redactan de la siguiente manera:

a- Para un libro si es segunda edición o posterior:

Huheey, J. E. *Inorganic Chemistry*, 3a. ed.; Harper & Row: New York, 1983, p. 90.

b- Para un libro si es primera edición:

Greenwood, N. N.; Earnshaw, A. *Chemistry of the Elements*; Pergamon: New York, 1988, p. 56

b- Para una revista:

Flint, C. D.; Mathews, A. P. *Inorg. Chem.* **1975**, *14*, 1008.

Note los espacios después de cada signo de puntuación, el uso de negrita y cursiva... ¡Son necesarios!

c- Sitios o páginas Web:

Indique el nombre de la página. Puede verlo en el código fuente. En la página de abajo este aparece como <title>NIST Chemistry WebBook</title>. Luego el autor responsable, la liga y cuándo hizo la consulta...

“ NIST Chemistry WebBook.” National Institute of Science and Technology. <http://webbook.nist.gov/chemistry/> Consultado el 29 de julio del 2010.

b. Cuaderno de Laboratorio

Cada estudiante debe tener un cuaderno o libreta con las páginas numeradas para anotar sus observaciones. Preparar y mantener un récord adecuado y confiable de los resultados obtenidos en el laboratorio es un requisito para realizar con éxito la investigación científica y el trabajo profesional.

El criterio para determinar cuándo es aceptable una libreta de laboratorio es que otra persona pueda seguir paso a paso el trabajo experimental allí indicado y obtener los mismos resultados.

Transcriba el procedimiento que seguirá antes de cada sesión, incluyendo las reacciones balanceadas y las propiedades relevantes de los reactivos y disolventes. Durante la sesión escriba lo que va haciendo y observando.

Algunas razones para llevar bien el cuaderno:

- Las observaciones exactas, especialmente cuando los resultados son numéricos, se olvidan con asombrosa facilidad.
- El análisis de una buena colección de datos permite realizar una mejor interpretación de los resultados experimentales.
- Si se demostrara que las conclusiones a que se llega son incorrectas, los datos originales pueden ser analizados nuevamente para obtener nuevas conclusiones.
- La información veraz relativa a trabajos experimentales anteriores, ayuda en el planeamiento y la ejecución de futuros experimentos.
- Si se recogen fielmente los resultados experimentales, al repetir el experimento se puede determinar si los datos son reproducibles.

- En su trabajo profesional, si hace algún descubrimiento de importancia la libreta es un documento legal que demuestra su propiedad intelectual (siempre que la firmen testigos en el momento).

La libreta debe organizarse así:

En la primera hoja se anotan los datos personales: nombre, número de carné, teléfono, así como las siglas y el nombre del curso. Se indica también los nombres del profesor y del asistente de su grupo de laboratorio. Las dos siguientes hojas se dejan en blanco, para luego anotar el índice del cuaderno correspondiente.

La mayoría de los laboratorios sugiere etiquetar sus muestras con referencia al cuaderno de laboratorio de la forma:

E. López 6-38-C

Esto indica que la muestra se preparó como se indica en el sexto cuaderno de E. López, en la página 38 y en el punto C.

Para cada práctica se debe indicar:

- **Título.**
- **Fecha y hora de inicio.**
- **Cuadro de constantes físicas y químicas.** Debe incluir al menos: fórmula o estructura, masa molar, densidad, toxicidad y solubilidad.
- **Procedimiento:** se recomienda escribir el procedimiento en forma de pasos numerados. Inserte aquí las ecuaciones químicas equilibradas como medio de acortar esta descripción. Se debe traer preparado al laboratorio para ser revisado por el profesor antes de la práctica.
- **Datos y observaciones:** todos los datos y las observaciones deben anotarse en la libreta directamente, nunca en papeles u hojas sueltas. Recuerde que el procedimiento es lo que se planea hacer, las observaciones son *lo que se hizo y se observó*.

Al final de la sesión el profesor o el asistente firmarán aprobando la libreta solamente si consideran que las observaciones y los datos son satisfactorias.

c. Desempeño

El desempeño en el laboratorio y en las actividades relacionadas como exámenes, exposiciones, trabajo extra clase y otros se evaluará en este punto. Se pondrá énfasis en las técnicas y el manejo de los reactivos químicos. Se harán pequeñas sesiones de discusión previas a la práctica, para aclarar cualquier duda sobre el procedimiento, o aspectos teóricos. Estas sesiones podrán estar a cargo de los estudiantes como parte de su evaluación.

A lo largo del curso, ya sea durante la sesión de laboratorio o en una reunión posterior habrán discusiones para evaluar el proceso de aprendizaje.

Las últimas sesiones de laboratorio podrán estar dedicadas a una práctica especial propuesta por cada estudiante o una práctica asignada. El procedimiento y reactivos

deben ser establecidos al menos con una semana de anterioridad para asegurarse de su disponibilidad.

d. Seguridad

Las normas de seguridad son de conocimiento obligatorio de quienes trabajan en un laboratorio. En todo momento debe tener puestos sus anteojos de seguridad. Ocúpese de conocer la ubicación y el uso de Extintores, Duchas de emergencia y Lavaojos, Botiquín y campanas de extracción.

Asegúrese de utilizar los reactivos que necesita en las cantidades apropiadas. El desperdicio es muy caro y puede ser peligroso. Coloque el reactivo en su lugar una vez que termina de usarlo.

Durante su estadía en el laboratorio, es indispensable:

- Usar gabacha y anteojos de seguridad.
- No ingerir alimentos.
- No fumar.
- Conocer las propiedades de toxicidad y peligrosidad de las sustancias y equipo empleados y su manipulación adecuada.
- Concentrarse en el trabajo a realizar, no entorpecer el trabajo de los compañeros, evitar distracciones.
- Vestir apropiadamente para un laboratorio (pantalón largo, medias y el cabello recogido).

El laboratorio debe quedar limpio y ordenado una vez que se finaliza la práctica. El material y el equipo que se le presta debe cuidarlo y devolverlo limpio y en buenas condiciones. Cuando tenga que dejar una disolución para que cristalice, o un aparato

montado durante una reacción química, debe enterar al profesor, rotularla y colocarla en un lugar seguro.

El laboratorio es un lugar de trabajo. No se permiten visitas ni distracciones como llamadas por celular o aparatos de entretenimiento personal.

Es indispensable traer al laboratorio gabacha, anteojos de seguridad, limpión o papel toalla, fósforos y su cuaderno de laboratorio actualizado.

Los mecheros sólo podrán utilizarse en las mesas expresamente señaladas para ese efecto. Antes de encender el mechero, NO DEBEN HABER materiales inflamables cerca. Se debe apagar al concluir el trabajo y revisar que la llave del gas ha quedado completamente cerrada.

d. Aula virtual

Como complemento al curso de laboratorio tendremos un aula virtual dentro del sistema de Mediación Virtual de la Universidad (METICS).

El aula virtual apoyará al curso para dar avisos, proveer acceso a las lecturas y a los procedimientos y una serie de actividades y evaluaciones en línea. Para matricularse, los estudiantes deberán ingresar al sitio de METICS:

<http://mediacionvirtual.ucr.ac.cr>

y crear su cuenta de usuario. Luego se matricularán en el aula virtual con la clave que les dará el profesor.

VI. BIBLIOGRAFIA

1. Hentz, F. C.; Long, G. G. *J. Chem Educ.* **1978**, *55*, 55.
2. Girolami, G. S.; Rauchfuss, T. B.; Angelici R. J. *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*, 3a. ed.; University Science Books: Sausalito, 1999.
3. Woollins, J. D. *Inorganic Experiments*, 2a. ed.; Wiley-VCH: Weinheim 2003.
4. Adams, D. M.; Raynor, J. B. *Química Inorgánica Práctica Avanzada*; Reverté: Barcelona, 1966.
5. Palmer, W. G. *Experimental Inorganic Chemistry*; Cambridge University Press: Cambridge, 1965.
6. Bailar J. C.; Cundy, P. F. *Inorg. Synth.* **1939** , *1*, 104.
7. Haider, S. Z.; Malik, K. M. A.; Ahmed, K. J. *Inorg. Synth.* **1985**, *23*, 47.
8. Szafran, Z.; Pike. R. M., Singh, M. M. *Microscale Inorganic Chemistry*; Wiley: New York, 1991.
9. Celzard, A.; Mareche, J. F. *J. Chem. Educ.* **2002**, *79*, 854.
10. Rollmann, L. D.; Walyocsik, E. W. *Inorg. Synth.* **1983**, *22*, 61.
11. Adams, D. M.; Raynor, J. B. *Advanced Practical Inorganic Chemistry*; Wiley: London, 1965.
12. Angelici, R. J. *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*; 2a. ed., Saunders: Philadelphia, 1977.
13. Hohman, W. H. *J. Chem. Ed.* **1974**, *51*, 553.
14. Bailar, J. *Inorg. Synth.* **1946**, *2*, 222.
15. Chatt, J. *J. Chem. Soc.* **1951**, 2532.
16. Teixidor, F.; Casabo, J.; Solans, A. *J. Chem. Educ.* **1987**, *64*, 461.

VII. CRONOGRAMA DEL CURSO

En el aula virtual (AV) del curso encontrará información adicional y modificaciones. Debe consultarla siempre antes de preparar su cuaderno de laboratorio.

Debido a la remodelación de los laboratorios empezaremos las prácticas en la tercera semana. Durante las dos primeras los profesores realizarán una serie de actividades que se anunciará en clase.

Semana	Fechas	Prácticas de Laboratorio	Referencias
1			
2			
3		Haciendo cristales: - Sal de Mohr - Alumbre de cromo - Trisoxalatoaluminato(III) de potasio	Programa del curso
4		Los estados de oxidación del vanadio	1
5		Espectroscopía Infrarroja de un complejo de SO_4^{2-}	3, p 66
6		Síntesis Electroquímica - Peroxisulfato de Potasio - Alumbre de vanadio	2, p 93 3, p 24
7		Compuestos sensibles al agua: - Tetrayoduro de estaño - Triyoduro de antimonio	4, p 36; 5 p 246 6, p 104
8		Propiedades de Compuestos de Coordinación	
9		Serie Isoestructural de complejos 3d - Sacarinos de Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn	7
10		Cromatografía de Intercambio Iónico	2 p 103
11		Polímeros y Materiales Inorgánicos Copolímero PVA-Borato (Slime) Copolímero Silicona-Borato (Bouncing Putty) Vidrio por la ruta Sol-Gel	8 p 161 8 p 176 ver (AV) 9
12		Complejos de Werner: Conductividad eléctrica	11 p 160; 12

		-Cloruro de hexaamincobalto(III). -Cloruro de pentaaminclorocobalto(III). -Nitrato de tetraamincarbonatocobalto(III).	
13		Quelatos: -Acetilacetatos de V, Cr, Mn, Fe, Co, Cu	3 p 149
14		Isomería en Compuestos de Coordinación: -Isómeros nitro y nitrito -Isómeros cis y trans	13 16 (ver AV)
15		A determinar por los profesores.	
16		A determinar por los profesores.	

Procedimientos para la primera semana.

PREPARACION DEL ALUMBRE DE CROMO

Materiales: H_2SO_4 concentrado, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, etanol

Procedimiento: Preparar una disolución de 15.0 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en 100 mL de agua y añadir 12.5 mL de H_2SO_4 conc. Enfriar con hielo y agregar, con agitación constante y lentamente, 5.0 mL de etanol. Dejar cristalizar la disolución resultante por varios días y filtrar. De no obtenerse cristales al cabo de unos días se puede concentrar la disolución y dejarla en reposo por varios días más. Aislar los cristales y secarlos al aire.

PREPARACION DE LA SAL DE MOHR

Materiales: $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y SnCl_2

Procedimiento: Preparar una disolución de 7.0 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ en 10 mL de H_2O que contenga un poco de SnCl_2 y otra, también de 10 mL, con 3.3 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Calentar hasta 60°C , luego mezclar las disoluciones con agitación. Dejar cristalizando por varios días. Aislar los cristales y secarlos al aire.

PREPARACION DEL TRISOXALATOALUMINATO DE POTASIO

Materiales: Aluminio, KOH, ácido oxálico y etanol.

Procedimiento: A 1.0 g de aluminio en gránulos, añadir lentamente y con cuidado, una disolución de 5.0 g de KOH en 50 mL de agua. Cuando disminuya la efervescencia, calentar a ebullición la mezcla de reacción. Filtrar cualquier residuo. Añadir a la disolución caliente 14.0 g de cristales de ácido oxálico en varias porciones justo hasta que el precipitado que se forma al principio se disuelva mientras se mantiene la ebullición. Filtrar si es preciso. Enfriar a temperatura ambiente y añadir 50 mL de etanol. Enfriar con hielo. Dejar cristalizando por varios días y luego aislar los cristales, lavarlos con etanol y secarlos al aire.