



I. Generalidades

Profesor	Dr. Leslie W. Pineda, ofic. 040, tel.: 2511-4184; 2511-2472
Duración	Semestral
Intensidad	4 créditos
Horario	M: 8 – 11:50 y discusión M: 13 – 16:50 y discusión
Línea curricular	Bachillerato en Química
Requisitos	QU-0472, QU-0473
Correquisito	-
Período	II Ciclo
Horas de atención	L: 9 – 11

Un investigador en Química Inorgánica Experimental debe estar capacitado en todos los aspectos prácticos del trabajo en un laboratorio de síntesis y caracterización de sustancias inorgánicas. Este curso enseña todas las capacidades necesarias para ejecutar trabajo experimental en Química Inorgánica Preparativa con la excepción de técnicas de alto vacío.

En líneas generales el curso consiste en un día de trabajo completo en el laboratorio junto con trabajo adicional de preparación o de seguimiento cuando proceda, así como una sesión de discusión de avance semanal.

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:

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

II. Objetivos Generales

Al completar este curso, se espera que los alumnos:

Serán capaces de seleccionar un método de preparación en la literatura, ejecutarlo y caracterizar el producto. Los métodos y los productos incluirán manipulaciones en ambientes secos o libres de oxígeno.

Podrán mantener en funcionamiento un laboratorio de síntesis inorgánica en cuanto a su equipo, cristalería y productos químicos.

III. Descripción del Curso

Cubriremos cuatro aspectos esenciales:

Técnicas de Investigación: Obras de referencia. Literatura de la Química Inorgánica. Bases de datos.

Operaciones generales: Organización de un laboratorio. Sistemas de vacío y gases comprimidos. Purificación de disolventes y materiales de partida. Soplado de vidrio básico.

Técnicas preparativas: Operaciones en atmósfera seca. Operaciones en atmósfera inerte. Técnicas de alta temperatura.

Fundamentos de técnicas de caracterización: Espectroscopía RMN, electrónica, IR. Difracción de Rayos X. Microscopía. Electroquímica.

Al principio del curso pondremos a punto el laboratorio partiendo de cero, instalando y probando todos los equipos y procedimientos. Luego montaremos los sistemas de purificación de disolventes y lavado.

De acuerdo con el criterio del profesor, los estudiantes seleccionarán y realizarán una serie de experimentos de complejidad cada vez mayor que culminarán con técnicas de atmósfera inerte. El avance irá de acuerdo con la habilidad que demuestren.

Existen numerosos textos, artículos y recursos web que una persona interesada debería consultar para complementar los temas del curso. Un estudiante de química debe ser

capaz de obtener información de la web de una manera crítica y discernir qué tan confiable es. El Aula Virtual incluye ligas a recursos seleccionados.

IV. Cronograma

Los estudiantes ejecutarán su trabajo de acuerdo con la lista de experimentos que aparece en esta sección. La referencia indicada deberá suplementarse con una revisión bibliográfica en la que es importante consultar *Inorganic Syntheses*. Es posible hacer otros experimentos consultándolo previamente con el profesor.

Referencias de procedimientos generales:

Búsqueda en *Inorganic Synthesis* (Wiley Online Library) por palabras clave:
<http://onlinelibrary.wiley.com/bookseries/10.1002/SERIES2146>

Brauer, G. *Handbook of Preparative Inorganic Chemistry*, Academic: New York, 1963.

Woollins, J. D. *Inorganic Experiments, Second, Completely Revised and Enlarged Edition*; 2 edition.; Wiley-VCH, 2003.

Szafran, Z.; Pike, R. M.; Singh, M. M. *Microscale inorganic chemistry: a comprehensive laboratory experience*; J. Wiley, 1991.

Adams, D. M.; Reynor, J. B. *Química Inorgánica Práctica Avanzada*, Reverté: Barcelona, 1966.

Girolami, G. S.; Rauchfuss, T. B.; Angelici, R. J. *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry: A Laboratory Manual*; University Science Books, 1999.

Angelici, R. J. *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*, Saunders, 1999.

Lista de Experimentos

Experimento	Referencia	Notas
SnCl ₄ / SnCl ₄ (DMSO) ₂ / SnClBz ₃	Girolami p75, Tanaka, J.; Suib, S. L. <i>Experimental Methods in Inorganic Chemistry</i> , Prentice-Hall: Upper Saddle River, 1999. Hay una versión de reacción en fase líquida en Adams y Reynor.	Alta temperatura
Superconductor 123	Woollins p315	Alta temperatura
AlCl ₃	Brauer p812	Alta temperatura
Mo(CO) ₄ L ₂ , L= piperidina, PR ₃	Mooney, K. E.; Bengali, A. A. <i>Journal of Chemical Education</i> , 2003 , 80, 1044.	Intermedio
Electroquímica del C ₆₀	Girolami p55	Intermedio, electroquímica
[Ni(en) ₃] ²⁺ [Ni(H ₂ O) ₂ (en) ₂] ²⁺	Prushan, M. J. Lab Manual Advanced Inorganic Chemistry Laboratory.	Introdutorio

Experimento	Referencia	Notas
<i>Cis</i> y <i>trans</i> - [Cr(H ₂ O) ₂ (ox) ₂] ⁻	Kauffman, G. B.; Faoro, D.; Gliksman, J.; Worrell, J. H. In <i>Inorganic Syntheses</i> ; Mac Diarmid, A. G., Ed.; John Wiley & Sons, Inc., 1977; pp. 147–152.	Introductorio
Isomería de unión de trifosfato a Co ^{III}	Al-Ajlouni, A. M.; Bose, R. N.; Volckova, E. <i>Journal of Chemical Education</i> 2001 , 78, 83.	Introductorio, RMN
Macrociclo de Ni, Cu, Co	Woollins p167	Ligandos
L = bispicen	Orozco, L. Tesis de Licenciatura, Universidad de Costa Rica, 2004	Ligandos
Tetrafenilporfirina de Cu o de Zn	Girolami p233	Ligandos
dppe / NidppeCl ₂	Girolami p85	Ligandos, Amoníaco líquido
Síntesis de NaCNaCH	<i>J. Chem. Soc., Dalton Trans.</i> , 2001,3465-3469	Ligandos
trispirazolilborato	Chuy, C. Tesis de Licenciatura, Universidad de Costa Rica, 1996	Ligandos, medición gases
Co(salen) ²⁺ y O ₂	Szafran p252	Ligandos, medición gases
Ferroceno	Adams p101, Woollins p85, Wilkinson, G. en <i>Organic Synthesis, Collective Volume IV</i> , Rabjohn, N. Ed., Wiley: New York, 1963.	Organometálica
Cp ₂ TiCl ₂	Adams p103	Organometálica
Cp ₂ Fe ₂ (CO) ₄ / CpFe(CO) ₂ Me	Angelici viejo p479	Organometálica
Niqueloceno	Adams p102, Angelici p197	Organometálica
Cobalticinio	Adams p104	Organometálica
Pd(alil)Cl ₂	Szafran p298	Organometálica RMN

Experimento	Referencia	Notas
Mo-cicloheptatrieno	Woollins p246, Timmers, F. J.; Wacholtz, W. F. <i>Journal of Chemical Education</i> 1994 , 71, 987.	Organometálica RMN dinámico
MoMe(CO) ₃ Cp	Woollins p241, Whited, M. T.; Hofmeister, G. E. <i>Journal of Chemical Education</i> 2014 , 91, 1050–1053.	Organometálica, RMN
Cu(MeCN) ₄ BF ₄	Santamaría-Ferdinand, Juan Cristián, Tesis de Licenciatura, Universidad de Costa Rica, 1995. Kubas, G. J.; Monzyk, B.; Crumblis, A. L. en <i>Inorganic Syntheses</i> ; Angelici, R. J., Ed.; John Wiley & Sons, Inc., 1990; pp. 68–70.	Schlenk
Cr ₂ (OAc) ₄	Young, G. C. <i>J. Chem. Educ.</i> 1988 , 65, 918. Hay otras síntesis.	Schlenk
VSO ₄ / sacarinato de V(II)	Cotton, F. A.; Libby, E.; Murillo, C. A.; Valle, G.; Bakir, M.; Derringer, D. R.; Walton, R. A. In <i>Inorganic Syntheses</i> ; Ginsberg, A. P., Ed.; John Wiley & Sons, Inc., 1990; pp. 306–310.	Schlenk
Cr ²⁺ _(ac) / sacarinato de Cr(II)	Cotton, F. A.; Libby, E.; Murillo, C. A.; Valle, G.; Bakir, M.; Derringer, D. R.; Walton, R. A. In <i>Inorganic Syntheses</i> ; Ginsberg, A. P., Ed.; John Wiley & Sons, Inc., 1990; pp. 306–310.	Schlenk
FeLCl ₂ , FeL(MeCN) ₂ (BF ₄) ₂ L = bispicen	Orozco, L. Tesis de Licenciatura, Universidad de Costa Rica, 2004	Schlenk
ferroceno-tmeda	Woollins p88	Schlenk
[Mo ₂ (OAc) ₄] ⁴⁻ , [Mo ₂ Cl ₈] ⁴⁻	Pence, L. E.; Weisgerber, A. M.; Maounis, F. A. <i>Journal of Chemical Education</i> 1999 , 76, 404.	Schlenk
Cloruros anhidros	Pray, A. R.; Heitmiller, R. F.; Strycxer, S.; Aftandilian, V. D.; Muniyappan, T.; Choudhury, D.; Tamres, M. In <i>Inorganic Syntheses</i> ; Moeller, T., Ed.; John Wiley & Sons, Inc., 1957; pp. 153–156.	Técnicas Secas
complejo termocrómico de Ni	Changyun, C.; Zhihua, Z.; Yiming, Z.; Jiangyan, D. <i>Journal of Chemical Education</i> 2000 , 77, 1206.	Técnicas secas, caja seca

V. Metodología y Observaciones

Trabajo de laboratorio.

Cada estudiante tendrá asignada una gaveta con equipo y un área de trabajo. Ciertos aparatos como las líneas de nitrógeno, destiladores y la capilla de gases serán de uso común. Se exigirá trabajar con orden y limpieza profesionales. El estudiante deberá cumplir con las normas vigentes de la Escuela Química en su vestimenta. Además, traerá toallas para la limpieza de su área de trabajo, etiquetas y un cuaderno de laboratorio con páginas numeradas y no desprendibles.

Experimentos

Los experimentos se elegirán junto con el profesor de la lista incluida en el cronograma y deberán ir avanzando en la técnica requerida. Al menos debe escogerse uno de cada una de las siguientes áreas:

- 1- Ligandos y compuestos simples.
- 2- Síntesis de alta temperatura o presión.
- 3- Técnicas secas.
- 4- Organometálica
- 5- Técnicas de atmósfera inerte

El profesor verificará que la selección cubra todas las técnicas fundamentales del laboratorio. En casos justificados se podrán realizar experimentos no incluidos en la lista, siempre que sean aprobados por el profesor.

La naturaleza y la cantidad de los reactivos a utilizar serán definidas en una reunión previa a la práctica. Se le comunicará al encargado del laboratorio cuando menos una semana antes de empezar el experimento para que prepare el equipo y los materiales de partida.

Será obligatorio consultar *Inorganic Synthesis* y otras obras relevantes para comparar otras técnicas o para otros aspectos no cubiertos en las secciones experimentales de las referencias.

Una vez dominadas las técnicas de laboratorio, se puede llevar a cabo un mini-

proyecto de investigación que se prolongará por varias semanas.

Cuaderno de laboratorio

Este es el documento más importante para un investigador. Debe ser completo en el sentido de que cualquier persona pueda leerlo y repetir el experimento descrito. Tendrá al menos las cinco primeras páginas libres para hacer un índice. Para cada experimento se indicará:

1. Título del experimento
2. Fecha de inicio y de cada sesión
3. Objetivo
4. Procedimiento completo (con reacciones equilibradas y referencias a la literatura)
5. Diagrama o lista del equipo
6. Materiales de partida necesarios (incluyendo constantes útiles, purificación, datos de toxicidad y precauciones)
7. Observaciones y resultados de mediciones
8. Firma del experimentador y fecha
9. Firma del supervisor y fecha
10. Datos de las revisiones bibliográficas realizadas

El cuaderno deberá traerse siempre al laboratorio y a las sesiones de discusión. El siguiente será el método para etiquetar los compuestos y los espectros u otras mediciones:

LWP
2-38-B

Se pone el nombre del experimentador o sus iniciales, 2 es el segundo cuaderno de laboratorio, la página es la 38 y B es el procedimiento con que se prepara la sustancia. Así, si por ejemplo en el procedimiento C se recristaliza la muestra B, ésta se etiquetará 2-38-C. Esta misma etiqueta se pone en los espectros y otras mediciones junto con otra información relevante.

Recuerde:

El cuaderno de laboratorio debe traer el procedimiento planeado. En el laboratorio se escribirá lo que se realice y se mida.

Reportes

Los reportes deberán ser concisos y de calidad científica. Estarán escritos como

un manuscrito para publicación: Siempre a doble espacio y con las figuras, cuadros y páginas numeradas.

La introducción tendrá una extensión máxima de una página de texto. La sección de resultados y discusión, dos páginas de texto como máximo. La sección experimental incluirá las observaciones pertinentes, datos analíticos y espectroscópicos, pruebas de reactividad, etc. Su extensión dependerá del experimento. Si se toman espectros o cromatogramas, se incluirán en un apéndice o como figuras. Lo más conveniente es revisar uno o dos artículos científicos y tomarlos como ejemplo.

Habrá un plazo máximo de dos semanas, a partir del término del experimento y mediciones, para presentar el reporte. A partir de ese momento, se descontará 10% de la nota del reporte diariamente. Solo se aceptarán reportes con la bibliografía y las notas en el formato de la revista *Inorganic Chemistry* (American Chemical Society).

VI. Evaluación

80 %	Calidad del trabajo y su presentación escrita.
20 %	Sesiones de discusión

VII. Bibliografía

Errington, R. J. *Advanced practical inorganic and organometallic chemistry*; Blackie Academic & Professional: London, 1997. (BCMA:546.078E72a)

Un libro excelente de técnicas. Podría considerarse el texto del curso.

Shriver, D. F.; Drezdson, M.A. *The manipulation of air-sensitive compounds*; 2a. ed. Wiley, New York, 1986. (BCMA 542.1 S561-m2)

La referencia clásica de técnicas de atmósfera inerte.

Zubrick, J. W. *The organic chem lab survival manual: a student's guide to techniques*; 4a. ed. Wiley: New York, 1997.

Técnicas básicas de laboratorio descritas con gran sentido del humor (BCMA 547.007.8 Z93o5)

Kanare, H. M. *Writing the laboratory notebook*; American Chemical Society:

Washington, D. C., 1985.

Buenas prácticas de escritura con casos famosos. (BCMA 542.1 K-16w)

VIII. En CASO DE EMERGENCIA, como:

- Incendio que no puede ser controlado mediante el uso de extintores.
- Fuga de gas inflamable o tóxico de fuente no identificada o a gran escala.
- Sismo que provoque daños estructurales en columnas o techo de las instalaciones.
- Presencia de personas armadas o pandillas que puedan ser una amenaza.
- Cualquier otra situación que ponga en riesgo la seguridad de los ocupantes del edificio.

- 1. Primera prioridad es salvaguardar la integridad de las personas.**
- 2. Segunda prioridad es rescatar los bienes de la Universidad.**

SE DEBEN SEGUIR LOS SIGUIENTES PASOS:

- De tener un teléfono a la mano, informar a la Secretaría de la Escuela de Química (2511-8520) de la situación o problema. En caso de no obtener respuesta llamar directamente al 2511-4911.
- En caso de que la emergencia represente un riesgo, se deben activar las dos alarmas de evacuación ubicadas en el sótano y contiguo a la Secretaría de la Escuela.
- Las personas que vienen del primer y segundo piso de la Escuela se deben reunir en el punto de encuentro N° 1, frente a la Facultad de Microbiología, sobre la acera y **no** sobre el parqueo. Las personas que se encuentran en el sótano deben trasladarse al punto de encuentro N° 2, ubicado en las zonas verdes (segundo farol), contiguo al pasillo que comunica la Escuela de Química con la Escuela de Estudios Generales.
- El personal docente (profesores y asistentes) y administrativos deben mantener la calma y guiar a los estudiantes a los puntos de encuentro.