

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	1 de 7

## **MANUAL DE QUÍMICA INORGÁNICA II**

**JOSÉ HERNANDO QUINTANA MENDOZA**  
Químico, Msc

**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA,  
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS, UNIVERSIDAD DE PAMPLONA  
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER.  
2018.**

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	2 de 7

## PRÁCTICA 1.

### 1. Título

#### PREPARACION Y CARACTERIZACION DE DOS ISOMEROS DE ENLACE

### 2. Objetivo

Sintetizar los de isómeros de enlace en los complejos de cobalto cobalto.

### 3. Marco Teórico

El ligando nitrito ( $\text{NO}_2^-$ ) puede coordinarse a un ión de un metal de transición por el átomo de nitrógeno ( $\text{M-NO}_2$ ), para dar los nitro-complejos, o bien por uno de los átomos de oxígeno ( $\text{M-ONO}$ ), en cuyo caso se obtienen los nitrito-derivados. El objeto de esta práctica consiste en preparar los dos isómeros: cloruro de nitro- y nitritopentaaminocobalto(III) y caracterizar espectros infrarrojo y UV-vis que permita al estudiante observar, de manera experimental diferenciar el desdoblamiento de campo cristalino a que dan lugar, no sólo ligandos distintos, sino también un mismo ligando (nitrito) en función de su modo de coordinación.

### 4. Materiales, Equipos e Insumos

Papel indicador

Manta de calentamiento

Hielo (Lo debe traer el estudiante)

### 5. Reactivos

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$\text{NH}_4\text{Cl}$

$\text{H}_2\text{O}_2$

HCl

Papel indicador

$\text{NH}_4\text{OH}$

Etanol

$\text{NaNO}_2$

### 6. Procedimiento

#### Síntesis de $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

En un vaso de 50 ml se disuelven 1,72 g de  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  en 1,5 ml de agua, en caliente. Se enfría la disolución en un baño de hielo y se añade una suspensión de 2,5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  en 6,0 ml de amoníaco concentrado. A continuación se añaden 3,0 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  de 20 % en vol., la mitad de una sola vez y el resto en pequeñas fracciones a la vez que se agita la disolución. Cuando se ha completado la oxidación, se neutraliza con ácido clorhídrico

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	3 de 7

concentrado, se añaden 1,25 ml más del mismo ácido y se calienta la disolución a ebullición durante un cuarto de hora. Se añaden 9,0 ml de una disolución 1M de ácido clorhídrico y, de nuevo, se calienta a ebullición durante media hora. Al enfriar en un baño de hielo aparece un precipitado de color púrpura que se separa por filtración. Si fuera necesaria su recrystalización, se disuelve la muestra calentando en 25ml de una disolución acuosa de amoníaco 1M. Una vez filtrada la disolución en caliente, se neutraliza con ácido clorhídrico 2M y se calienta a ebullición durante un cuarto de hora. Al enfriar la disolución se obtiene el producto deseado como cristales de color púrpura que se filtran y se lavan con etanol.

#### Síntesis de $[\text{Co}(\text{ONO})(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Se disuelven 0,8g del compuesto anterior en 13ml de agua caliente, y se añaden 2,4 ml de amoníaco concentrado y se filtra la disolución en caliente para eliminar el óxido de cobalto que se haya podido formar. Se neutraliza con ácido clorhídrico 2M. A continuación, se añaden 0,8g de  $\text{NaNO}_2$  y 0,8 ml de ácido clorhídrico 6 M y se deja en reposo una hora enfriando en baño de hielo. Se filtran los cristales de color rojo-salmón y se lavan con pequeñas fracciones de agua a  $0^\circ$  y alcohol. Estos cristales se transforman lentamente a temperatura ambiente en el isómero nitro.

#### Síntesis de $[\text{Co}(\text{NO}_2)(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$

Se disuelven 0,4g de  $[\text{Co}(\text{ONO})(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$  en 4,0 ml de agua caliente a la que se han añadido unas pocas gotas de amoníaco concentrado y mientras se va enfriando la disolución se añaden 4,0 ml de ácido clorhídrico concentrado. Al enfriar la disolución con baño de hielo se separan cristales de color pardo-amarillento del isómero nitro, que se filtran y lavan con pequeñas fracciones de etanol. Si la transformación de los isómeros nitrito en nitro no hubiera sido completa (se aprecia en infrarrojo) se pueden repetir estas operaciones, o bien se calienta en la estufa a  $150^\circ$  durante una hora.

Cada uno de los sólidos obtenido caracterizarlos por espectroscopia de infrarrojo, ultravioleta visible, propiedades físicas como el punto de fusión y absorción atómica.

#### **7. Nivel de Riesgo**

Moderado

#### **8. Bibliografía**

JOSÉ M<sup>a</sup> LÓPEZ DE LUZURIAGA FERNÁNDEZ, JESÚS RUBÉN BERENGUER MARÍN  
“EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA INORGÁNICA”, (Práctica adaptada por el autor).

#### **9. Anexos**



## PRÁCTICA 2

### 1. Título

**PREPARACION Y SEPARACIÓN DE DOS ENANTIOMEROS DEL COMPLEJO CLOURURO DE TRIS(ETILENODIAMINA)COBALTO (III)**

### 2. Objetivo

Sintetizar los estereoisómeros de cobalto.

### 3. Marco Teórico

Los estereoisómeros son aquellas moléculas y esferas de coordinación que tienen el mismo número y tipo de enlace químico, pero difieren uno del otro en su disposición espacial, existen dos tipos, los ópticos o enantiomeros, es decir los que tienen imagen especular no superponible y no poseen un plano interno, y la segunda posibilidad son los que tienen diferente distribución espacial dentro de la esfera de coordinación, se conocen como estereoisómeros geométricos.

### 4. Materiales, Equipos e Insumos

Papel indicador  
Manta de calentamiento  
Hielo (Lo debe traer el estudiante)  
4 globos o bombas (Lo debe traer el estudiante)

Carbón activado.

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
HCl  
Papel indicador  
NaI  
NH<sub>4</sub>OH  
Etanol  
Acetona  
Ácido L-Tartárico  
Dietilamina

### 5. Reactivos

CoSO<sub>4</sub>  
NH<sub>4</sub>OH  
BaCl<sub>2</sub>

### 6. Procedimiento

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	5 de 7

### **Síntesis de L- tartrato de bario**

Disolver 2,032g de  $BaCl_2$  con la misma cantidad de agua destilada (Solución 1), posteriormente, disolver en otro recipiente 1,257g de ácido L-tartárico en la mínima cantidad de agua destilada (Solución 2). Se calientan estas dos disoluciones a  $90^\circ C$ , se mezclan y se añade la base (etilenodiamina) hasta que la disolución sea neutra. Enfríar, filtrar y lavar el precipitado con agua caliente.

### **Síntesis de [(+)Co(en)3]Cl. l-tartrato. 5H2O y de [(-)Co(en)3]Cl. l-tartrato. 5H2O.**

Se disuelve 2mL de etilenodiamina (o la cantidad equivalente del hidrato) en 4,2 ml de agua. Se enfría la disolución en hielo y se añaden 1,6 ml de ácido clorhídrico 10 N, 2,35 g de sulfato de cobalto (II) heptahidrato, disueltos en 4,2 mL de agua fría, y 0,33 g de carbón activo. Se pasa una corriente rápida de aire a través de la disolución durante 4 horas y, a continuación, se ajusta el pH de la disolución entre 7.0-7.5, utilizando ácido clorhídrico diluído o etilenodiamina, según sea el caso.

Se calienta la disolución sobre un baño de vapor durante 15 minutos, se enfría y se filtra el carbón. Lavar el carbón con 2 mL de agua y añadir los líquidos de lavado al filtrado anterior, que contiene sulfato cloruro de tris(etilenodiamina)cobalto(III). Se añade a esta disolución el L-tartrato bórico y se calienta la mezcla en baño de vapor con agitación constante durante hora y media, después filtrar el sulfato bórico precipitado. Lavar el precipitado con un poco de agua caliente y añadir los líquidos de lavado al filtrado rojo. Evaporar la disolución resultante hasta aproximadamente 5 mL y dejarla reposar durante la noche, precipitando (+) L tartratocloruro de tris(etilenodiamina)cobalto(III) pentahidrato en forma de cristales rojos. Filtrar y guardar el filtrado, que contiene el isómero (-) L. Lavar los cristales con una mezcla etanol/agua (1/1) y recristalizar en agua caliente (2 mL), enfriando con hielo. Lavar los cristales con una mezcla etanol/agua (1/1) y después con etanol absoluto.

### **Preparación de [(+)Co(en)3]I3 . H2O**

Disuelva el (+)l-tartrato cloruro de tris(etilenodiamina)cobalto(III) pentahidrato sintetizado en 4 mL de agua caliente y se añaden dos gotas de amoníaco concentrado. Añadir, posteriormente y con fuerte agitación, una disolución de 2,82g de ioduro sódico en 3 mL de agua caliente. Enfríar en hielo, filtrar y lavar con una disolución fría de ioduro sódico, etanol y acetona. El producto obtenido es el (+)ioduro de tris(etilenodiamina)cobalto(III) monohidrato.

### **Preparación de [(-)Co(en)3]I3. H2O**

El isómero (-)ioduro de tris(etilenodiamina)cobalto(III) monohidrato se prepara de manera similar al isómero (+), anteriormente descrito, a partir del filtrado anterior que contiene el (-)l-tartrato cloruro de tris(etilenodiamina)cobalto(III) pentahidrato. Puede recristalizarse disolviéndolo en 8,3 mL de agua a  $50^\circ C$ . Filtrar, añadir 0,75 g de ioduro sódico al filtrado

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	6 de 7

caliente y dejar que cristalice. Filtrar nuevamente y lavar el producto con etanol y acetona.  
 NOTA : ¡No hierva las disoluciones del isómero (-) ya que se produce la racemización!  
 Caracterización estructural Medir el espectro infrarrojo entre 4000 y 200  $\text{cm}^{-1}$  asignando las bandas correspondientes al ligando etilendiamina. Los espectros visible-ultravioleta, las medidas de rotación específica (ambos en concentración 0.02 M) y las medidas de conductividad de los enantiómeros sintetizados se realizarán en disolución acuosa.

### 7. Nivel de Riesgo

Moderado

### 8. Bibliografía

EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA INORGÁNICA, JOSÉ M<sup>a</sup> LÓPEZ DE LUZURIAGA  
 FERNÁNDEZ JESÚS RUBÉN BERENGUER MARÍN, UNIVERSIDAD LA RIOJA.

### 9. Anexos

EN REVISIÓN

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	7 de 7

## PRÁCTICA 3

### 1. Título

**Síntesis de vidrio**

### 2. Objetivo

Sintetizar vidrios no silíceos

### 3. Marco Teórico

El vidrio se considera a un material transparente o translucido que se caracteriza por tener alta dureza y ser frágil. Su síntesis está enfocada en fundir materiales a altas temperaturas y enfriar de manera controlada la mezcla fundida bajo un molde.

### 4. Materiales, Equipos e Insumos

Balanza analítica

Vidrio de reloj

Molde metálico (Preparado por el estudiante).

Mortero.

Crisoles.

Mufla.

Pinzas para crisol.

### 5. Reactivos

$\text{Na}_2\text{CO}_3$

$\text{H}_3\text{BO}_3$

$\text{MnO}_2$

$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

### 6. Procedimiento

1. Pesar las cantidades señaladas en el cuadro 1, para cada tipo de vidrio, moler y mezclar en un mortero.
2. Colocar la mezcla en un crisol, y llevarla a la mufla a  $650^\circ\text{C}$  por una hora.
3. Posteriormente elevar la temperatura a  $900^\circ\text{C}$ . Cuando la mezcla esta fundida, sacar el crisol de la mufla y vaciar el líquido viscoso sobre una placa de metal.
4. Caracterizar cada sólido por Espectroscopia de infrarrojo.

**Cuadro N°. 1**

VIDRIO	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (g)	$\text{H}_3\text{BO}_3$	$\text{MnO}_2$ (g)	
A	0.5	4.67	0.07	
B	1.0	4.67	0.07	
C	1.67	4.67	0.07	
VIDRIO	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (g)	$\text{H}_3\text{BO}_3$	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (g)	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (g)
D	1.0	4.67	----	0.03
E	1.0	----	5.33	0.03

### 7. Nivel de Riesgo

Moderado

### 8. Bibliografía

Margarita Chávez Martínez y Mercedes Meijueiro Morosini, Universidad Autonoma de México. Vidrio de Colores. Edición 5.

Quintana Jose H. et al. Rev Colombiana de Química, 2014.

### 9. Anexos