

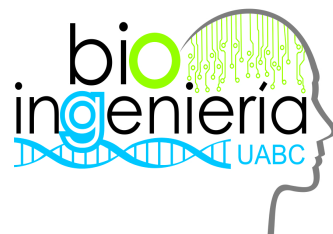


FIAD :Bioingeniería

Química organometálica (11817)

Dr. Priscy Alfredo Luque Morales

ELABORADO EN 2014 : 2016-2 ÚLTIMA ACTUALIZACIÓN





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	NORMAS DE SEGURIDAD E HIGIENE EN EL LABORATORIO	PRÁCTICA NÚMERO	1
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Firma(s)	
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

El desarrollo de las actividades experimentales en el laboratorio de química presenta una serie de características que las diferencia de las que se desarrollan en otras áreas o disciplinas. Los riesgos existentes tienen características particulares y consecuencias diferentes y que dependen de diversos factores como son las instalaciones, material, sustancias y equipo que se utiliza, así como las operaciones involucradas en el análisis químico. Por lo anterior, es primordial el conocimiento de las normas de seguridad, la forma correcta de manipular el equipo, material e instrumentos de medición, así como los riesgos asociados al incumplimiento de las reglas y procedimientos correspondientes, y sobre todo, tomar conciencia de trabajar de manera responsable y disciplinada atendiendo tanto el reglamento interno del laboratorio como el manual de procedimientos de la práctica experimental que se realiza. Otro punto importante, es el conocimiento y aplicación de las técnicas, metodologías y procedimientos correctos para la manipulación del instrumental y equipo durante la realización del análisis, buscando minimizar el error en las mediciones para obtener resultados confiables y emitir conclusiones y recomendaciones objetivas y útiles para la toma de decisiones.

2.- Competencia de la práctica

Conocer las definiciones, las normas de seguridad y primeros auxilios en casos de emergencia en el laboratorio de química, para aplicarlos durante la realización de las actividades experimentales

3.- Metodología

La práctica de normas de seguridad e higiene en el laboratorio se realizará tomando las recomendaciones del profesor, realizando un recorrido por las instalaciones y videos.

I. Recomendaciones básicas para la manipulación de sustancias químicas

- a. Leer la etiqueta o rótulo del envase para verificar qué sustancia está utilizando. Nunca utilizar sustancias desconocidas o sin rótulos.
- b. Leer e interpretar cuidadosamente los riesgos y/o símbolos de peligro existentes en la etiqueta o rótulo del envase.
- c. Si se utiliza el mechero bunsen u otra fuente intensa de calor, alejar ésta de los frascos con reactivos. Nunca deberá calentar productos inflamables con mechero. Cerrar la llave de gas cuando no se esté utilizando el mechero.
- d. Conocer cómo reaccionan las sustancias químicas en una mezcla. No realice reacciones que no indiquen el manual y/o el instructor.

II. Peligros originados por la generación de gases tóxicos

- a. Evite inhalar vapores de productos químicos. Trabaje en una campana extractora siempre que use sustancias volátiles además de encender los extractores de gases.
- b. Jamás se deberá oler sustancias para poder identificarlas. Procedimiento seguro: identificar la sustancia desconocida por otros sistemas o métodos.

III. Normas de seguridad de productos químicos

- a. Tener a la mano las hojas de datos de seguridad de los materiales (MSDS: MATERIAL SAFETY DATA SHEET), Son una fuente de información sobre las características físicas, propiedades químicas, los problemas de derrames y los cuidados en su manipulación.
- b. No devolver nunca a los frascos de origen los sobrantes de los productos utilizados.
- c. Dejar que circule abundante agua cuando los productos químicos de desecho se viertan en la pila de desagüe, aún cuando estén debidamente neutralizados.
- d. No tocar con las manos y menos con la boca, los productos químicos.

IV. Derrame de productos químicos sobre la piel

Los productos químicos que se hayan vertido sobre la piel han de ser lavados inmediatamente con agua corriente abundante, como mínimo durante 15 minutos. Las duchas de seguridad instaladas en los laboratorios serán utilizadas en aquellos casos en que la zona afectada del cuerpo sea grande y no sea suficiente el lavado en un fregadero. Es necesario sacar toda la ropa contaminada a la persona afectada lo antes posible mientras esté bajo la ducha. Recuerda que la rapidez en el lavado es muy importante para reducir la gravedad y la extensión de la herida. Proporcione asistencia médica lo más pronto posible.

5.- Bibliografía

- Brown, Lemay, & Bursten, Química La ciencia Central, Novena Edición.
- Raymond Chang, Química, Séptima Edición.
- Gómez Chancasanampa, Isabel Roxana, Malpartida Aragón, Hugo Jair. Manual de seguridad e higiene laboratorio químico y planta de cromado.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	TÉCNICAS DE MANIPULACIÓN EN ATMÓSFERA INERTE	PRÁCTICA NÚMERO	2
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz de dos bocas	1
Refrigerante con mangueras	1
Llave de paso	1
Septum o tapón de hule	1
Barras de agitación magnética,	1
Soporte universal	1
Parrilla de calentamiento con agitación	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

Desde un punto de vista de técnicas de manipulación en atmósfera inerte se puede llegar a obtener estas condiciones de trabajo por una de las dos vías siguientes: Por desplazamiento del aire con un gas inerte en el recipiente que contiene la reacción o bien por evacuación del aire con una bomba de vacío y posterior ocupación del sistema con un gas inerte (línea de vacío o de Schlenk).

2.- Competencia de la práctica

- Conocer y manipular correctamente la línea doble vacío/nitrógeno.
- Aprender las técnicas Schlenk más básicas.

3.- Metodología

1. Purgar un matraz Schlenk.
2. Trasvasar un líquido de un matraz a otro utilizando la técnica de cánula.
3. Montar un reflujo bajo atmósfera de nitrógeno.
4. Medir el flujo de entrada al sistema.

4.- Bibliografía

- Shriver D. F., Drezzdon M. A., Manipulation of Air-sensitive Compounds, John Wiley & Sons, Nueva York, 1986. Cap. 1, 3 y 5.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	PREPARACIÓN DEL REACTIVO DE GRIGNARD (C_6H_5MgBr)	PRÁCTICA NÚMERO	3
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola de tres bocas	1
Refrigerante con mangueras	1
Soporte universal	1
Línea doble de vacío/gas inerte	1
Barra magnética	1
Parrilla con agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1
Tapón de hule reversible	1
Jeringa de 5 mL	3
Espátula	1
Vidrio de reloj	1
Vaso de pp. de 100 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Bromobenceno	7 mL
Limadura de magnesio	1.5 g
Cristal de yodo	0.1 g
Tetrahidrofurano anhidro	30 mL

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

De los compuestos organometálicos, tal vez el mejor conocido por todos los químicos, sea el reactivo de Grignard, llamado así en honor a Víctor Grignard de la Universidad de Lyon. Este es uno de los compuestos organometálicos más utilizado en síntesis orgánica y organometálica.

2.- Competencia de la práctica

Sintetizar bromuro de fenilmagnesio.

3.- Metodología

Antes de comenzar a trabajar es importante tener presente que para obtener buenos resultados en este tipo de reacciones, es esencial que el material esté perfectamente seco y que los reactivos que se vayan a utilizar se encuentren anhidros.

En el embudo de adición coloca 2 mL de bromobenceno y 10 mL de Tetrahidrofurano anhidro añadidos mediante una jeringa. Agrega lentamente el contenido del embudo de adición y al terminar espera 5 minutos e inicia una agitación suave.

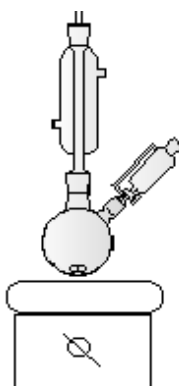


Figura 1. Dispositivo para la preparación del reactivo de Grignard.

Agrega otros 5 mL de bromobenceno y 20 mL de Tetrahidrofurano anhidro en el embudo de adición, y agrega gota a gota. Una vez que ha terminado la adición, deja la reacción en agitación por media hora más. Una vez que el sistema se encuentra a temperatura ambiente, desmonta el equipo manteniendo el matraz siempre bajo nitrógeno.

Toma una alícuota de 1 mL, lo más exacto posible, cierra perfectamente el matraz y guárdalo en el refrigerador.

4.- Bibliografía

- Vogel., Textbook of Practical Organic Chemistry, 4 Ed. Longman, New York (1978).

- R. J. Fessenden, J. S. Fessenden, Techniques and Experiments in Organic Chemistry, Willard Grand Press, Boston (1983).
- P. Powel, Principles of Organometallic Chemistry, 2 Ed. Chapman and Hall. London (1988).
- C. Elschenbroich, Organometallics, 3 Ed. Wiley-VCH. Weinheim (2006).
- G. Wilkinson, F. G. A. Stone, E. W. Abel editores, Comprehensive Organometallic Chemistry, Pergamon Press, Oxford, Vol 1. 1 Ed. 1982.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS DE DIFENILCADMIO	PRÁCTICA NÚMERO	4
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola de tres bocas de 50 mL	1
Refrigerante con mangueras	1
Soporte universal	1
Línea doble de vacío/gas inerte	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1
Barra magnética.	1
Parrilla con agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1
Tapón de hule reversible	1
Jeringa de 5 mL	3
Espátula	1
Vidrio de reloj	1
Vaso de pp. de 100 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Bromuro de fenilmagnesio (sintetizado la sesión anterior)	
Tolueno anhidro	10 mL
MgSO ₄ anhidro	1 g
Cloruro de cadmio	1.2 g

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

El reactivo de Grignard transfiere fácilmente su grupo orgánico R a grupos electrófilos debido a la alta polaridad de enlace R-Mg donde R se comporta como un nucleófilo. Es debido a esta alta reactividad que es ampliamente usado en síntesis de compuestos orgánicos y organometálicos. En el caso de estos últimos la reacción procede por un intercambio metálico (doble sustitución) entre el reactivo de Grignard y un halogenuro/óxido inorgánico.

2.- Competencia de la práctica

Utilizar el reactivo de Grignard obtenido en la práctica anterior para la síntesis de un compuesto organometálico de cadmio.

3.- Metodología

Adiciona 10 mL de tolueno seco al embudo de adición. Con mucha precaución toma la cantidad de 1.2 g de cloruro de cadmio y agrega al matraz lentamente, para esto el sistema cuenta con el agitador magnetico.

Agrega, **gota a gota**, la solución de bromuro de fenilmagnesio con agitación constante y en un baño de hielo ya que la reacción puede ser muy violenta y calentarse abruptamente.

Una vez que hayas terminado la adición, quita el baño de hielo y sigue agitando la reacción por media hora más. Espera a que se enfríe a temperatura ambiente.

Caso 1

Si aún persiste tolueno en el vaso de precipitado, observarás dos fases. Sepáralas utilizando un embudo de separación y lava la fase acuosa con dos porciones de 20 mL de tolueno. Junta las fases orgánicas y agrega MgSO_4 para remover la humedad. Posteriormente filtra y evapora el disolvente. En caso de ser necesario, purifica el producto recristalizándolo de tolueno caliente. Calcula tu rendimiento y toma el punto de fusión.

Caso 2

Si se evaporó todo el tolueno, tendrás una fase sólida y una líquida. Separa el sólido por filtración al vacío y lava con agua destilada (2 X 20 mL).

4.- Bibliografía

- Crabtree R., Mingos M., Eds. Comprehensive Organometallic Chemistry III, Elsevier Science, Vol 5, 3a Ed., 2006.
- Agle H. Organometallic Compounds, Ed. Chapman and Hall, John Wiley & Sons N.Y., Vol 1, 4a Ed. 1979.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS DE FERROCENO	PRÁCTICA NÚMERO	5
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola (14/23) de dos bocas de 100 mL	1
Refrigerante (14/23) con mangueras	1
Soporte universal	1
Línea doble de vacío/gas inerte	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1
Barra magnética.	1
Parrilla con agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1
Tapón de hule reversible o de vidrio para junta 14/23	1
Jeringa de 5 mL	3
Espátula	1
Vidrio de reloj	1
Vaso de pp. de 100 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Biciclopentadieno	50 mL
KOH	4.5 g
FeCl ₂ ·4H ₂ O	1.3 g
Tetrahidrofurano (THF)	15 mL
Dimetilsulfoxido (DMSO)	10 mL

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

El ferroceno es un complejo organometálico que contiene hierro (II) como centro metálico y dos anillos de ciclopentadienilo. Los metallocenos también son conocidos como complejos *sandwich* ya que el metal se encuentra entre los dos anillos como si estos fueran sus tapas.

El descubrimiento y caracterización del ferroceno a principio de la década de los 50's cambió la visión que se tenía del enlace químico ya que la unión entre el hierro y cada ciclopentadienilo no es un enlace "típico" de dos centros dos electrones sino que involucra a los 5 átomos de carbono del anillo y 3 pares de electrones.

2.- Competencia de la práctica

Sintetizar ferroceno $[\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2]$

3.- Metodología

Primera parte

Antes de comenzar la síntesis es necesario refluir durante 3 horas, 50 mL de biciclopentadieno y destilar 20 mL del producto obtenido.

Segunda parte

1. ¿Para qué se lleva a cabo el reflujo?

Muele 4.5 g de KOH en un mortero lo más rápido posible (el KOH es higroscópico). Transfiere el sólido a un matraz de 100 mL de dos bocas con un agitador magnético.

Conecta una llave de nitrógeno a una de las bocas y a la otra adáptale un tapón de hule.

Purga el sistema por triplicado y añade 15 mL de THF mediante una jeringa.

2. El THF no debe estar necesariamente seco, explica por qué.

Mediante una jeringa añade, gota a gota, 1.0 mL de ciclopentadieno recién destilado a través del tapón de hule con agitación vigorosa.

Deja la suspensión en agitación por lo menos 30 minutos, o bien, hasta observar que el color permanezca constante.

3. ¿Qué observas? ¿Qué reacción se está llevando a cabo? Escribe la reacción completa y balanceada y discute cuál es la fuerza motriz de la reacción.

Mientras ocurre la reacción entre el hidróxido y el ciclopentadieno, prepara, en un matraz de bola 50 mL previamente purgado y bajo atmósfera de nitrógeno, una disolución que contenga 1.3 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 10 mL de DMSO.

4. ¿Qué apariencia tiene $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$? ¿Qué impurezas puede tener? ¿Por qué se debe preparar la solución bajo atmósfera inerte?

Transfiere lentamente (aproximadamente en 10 minutos) la disolución de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ a la mezcla de reacción mediante una jeringa de la misma forma

en que agregaste el ciclopentadieno. Procura que la adición sea siempre bajo atmósfera de nitrógeno. Deja la reacción en agitación por 30 minutos más.

5. ¿Qué observas? Escribe la reacción que se está llevando a cabo.

4.- Bibliografía

- Crabtree R., Mingos M., eds. Comprehensive Organometallic Chemistry III, Elsevier
- Science, Vol. 5, 3a Ed, 2006.
- Agle H. Organometallic Compounds, Ed. Chapman and Hall John Wiley & Sons N.Y., Vol.
- 1, 4a Ed. 1979.
- Szafran Z., Pike R. M., Sing M. Microscale Inorganic Chemistry: A Comprehensive
- Laboratory Experience Ed. John Wiley & Sons Inc. 1991.
- Woollins J.D. ed. Inorganic Experiments Ed VCH Publisher Inc. 1994.
- Tanaka J., Suib S. L. Experimental Methods in Inorganic Chemistry Ed. Prentice Hall 1999.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	EFFECTO DEL DISOLVENTE EN LA SÍNTESIS DEL REACTIVO DE GRIGNARD	PRÁCTICA NÚMERO	6
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola de tres bocas de 50 mL	1
Refrigerante con mangueras	1
Soporte universal	1
Línea doble de vacío/gas inerte	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1
Barra magnética	1
Parrilla con agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1
Tapón de hule reversible	1
Jeringa de 5 mL	3
Espátula	1
Vidrio de reloj	1
Vaso de pp. de 100 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Bromobenceno	7 mL
Limadura de magnesio	1.5 g
1 Cristal de yodo	0.3 g
Éter etílico anhidro	30 mL

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Sofía Varela y Erika Martin	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

De los compuestos organometálicos, tal vez el mejor conocido por todos los químicos, sea el reactivo de Grignard, llamado así en honor a Víctor Grignard de la Universidad de Lyon. Este es uno de los compuestos organometálicos más utilizado en síntesis orgánica y organometálica.

2.- Competencia de la práctica

Sintetizar y observar el efecto del disolvente en la síntesis del reactivo de Grignard.

3.- Metodología

Antes de comenzar a trabajar es importante tener presente que para obtener buenos resultados en este tipo de reacciones, es esencial que el material esté perfectamente seco y que los reactivos que se vayan a utilizar se encuentren anhidros.

En el embudo de adición coloca 2 mL de bromobenceno y 10 mL de éter etílico anhidro añadidos mediante una jeringa. Agrega lentamente el contenido del embudo de adición y al terminar espera 5 minutos e inicia una agitación suave.

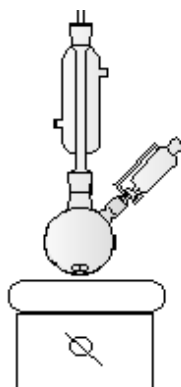


Figura 1. Dispositivo para la preparación del reactivo de Grignard.

Agrega otros 5 mL de bromobenceno y 20 mL de disolvente seco (éter etílico) en el embudo de adición, y agrega gota a gota. Una vez que ha terminado la adición, deja la reacción en agitación por media hora más. Una vez que el sistema se encuentra a temperatura ambiente, desmonta el equipo manteniendo el matraz siempre bajo nitrógeno.

Toma una alícuota de 1 mL, lo más exacto posible, cierra perfectamente el matraz y guárdalo en el refrigerador.

4.- Bibliografía

- Vogel., Textbook of Practical Organic Chemistry, 4 Ed. Longman, New York (1978).
- R. J. Fessenden, J. S. Fessenden, Techniques and Experiments in Organic Chemistry, Willard Grand Press, Boston (1983).
- P. Powel, Principles of Organometallic Chemistry, 2 Ed. Chapman and Hall. London (1988).
- C. Elschenbroich, Organometallics, 3 Ed. Wiley-VCH. Weinheim (2006).
- G. Wilkinson, F. G. A. Stone, E. W. Abel editores, Comprehensive Organometallic Chemistry, Pergamon Press, Oxford, Vol 1. 1 Ed. 1982.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS DE ACETILFERROCENO	PRÁCTICA NÚMERO	7
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola de dos bocas de 50 mL	1
Vaso de precipitado de 100 mL	1
Refrigerante con mangueras	1
Soporte universal	1
Barra magnética	1
Vaso de precipitado de 100 mL	1
Parrilla con agitación magnética	1
Espátula	1
Matraz Kitazato de 100 mL	1
Vidrio de reloj	1
Pipeta de 5 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Ácido fosfórico	1 mL
Ferroceno	500 mg
Anhídrido acético	2.5 mL

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Sofía Varela y Erika Martin	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

Dado el carácter aromático de los anillos de ciclopentadienilo del ferroceno, éste puede sufrir una serie de interesantes reacciones de sustitución. En concreto, las reacciones de acilación y alquilación proceden con mucha mayor facilidad que con otros sistemas aromáticos. El ferroceno es 10^6 veces más reactivo que el benceno en condiciones de acetilación.

2.- Competencia de la práctica

Utilizar el ferroceno obtenido en la práctica anterior para llevar a cabo una reacción de acetilación en los anillos de ciclopentadienilo y obtener el derivado acetilado.

3.- Metodología

Monta el sistema como se muestra en la figura 1. En esta ocasión no es necesario trabajar en atmósfera inerte debido a que la reacción se llevará a cabo en uno de los ligantes ciclopentadienilo y no en el centro metálico. Coloca 500 mg de ferroceno en el matraz bola y agrega 2.5 mL de anhídrido acético. Terminada la adición inicia la agitación y con una pipeta, agrega, gota a gota, 1.0 mL de ácido fosfórico concentrado. Calienta la reacción a baño María durante 15 minutos.

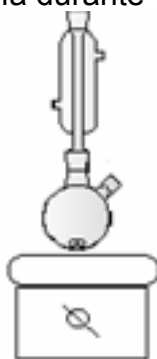


Figura 1. Dispositivo para la acetilación de ferroceno.

1. Escribe la reacción que se está llevando a cabo. ¿De qué tipo de reacción se trata?

2. Propón un mecanismo para la reacción. ¿Cuál es la función del ácido fosfórico?

Terminado el tiempo de calentamiento vierte el contenido del matraz en un vaso de precipitados que contenga aproximadamente 10 g de hielo.

3. ¿Con qué fin se hace esto?

Cuando se haya derretido el hielo neutraliza la disolución agregando bicarbonato de sodio hasta que ya no observes desprendimiento de CO_2 . (Puede requerirse mucho bicarbonato)

4. Escribe la reacción que se está llevando a cabo.

Filtra la disolución y enfría la mezcla en un baño de hielo para inducir la cristalización. Este proceso tarda entre 10 y 20 minutos. El precipitado se filtra al vacío y se lava con agua fría.

5. ¿Qué apariencia tiene el sólido obtenido?
6. ¿Qué impureza puede tener el producto?
7. ¿Cuáles son los subproductos que se encuentran en las aguas de filtrado?

4.- Bibliografía

- Bozak, R. E. J. Chem. Educ., 1966, 43(2), 73-74.
- Szafran Z., Pike R. M., Sing M. Microscale Inorganic Chemistry: A Comprehensive Laboratory Experience Ed. John Wiley & Sons Inc. 1991
- Woollins, J. D. ed. Inorganic Experiments Ed. VCH Publisher Inc. 1994
- Bruce, M. I. Compounds of group 8 en Comprehensive Organometallic Chemistry III, Crabtree R., Mingos M., eds. 3a Ed., Vol. 6, Elsevier, Amsterdam, 2006.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS DE TETRAFENIL PLOMO	PRÁCTICA NÚMERO	8
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz bola de dos bocas	1
Refrigerante con mangueras	1
Canastilla de calentamiento	1
Agitador y barra magnética	1
Vaso de precipitados de 500 mL	1
Matraz kitasato de 250 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Bromuro de fenil magnesio	
Tolueno	60 mL
Cloruro de plomo (II)	14.5 g
Cloruro de amonio	27 g
Agua	125 mL
Hielo	125 g
Cloroformo	75 mL
Sulfato de magnesio anhidro	2 g

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Sofía Varela y Erika Martin	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

Los compuestos organoplúmbicos son muy utilizados en la actualidad, todos conocemos el tetraetil plomo utilizado como antidetonante en gasolinas. Desafortunadamente, estos compuestos son a la vez responsables de gran parte de la contaminación en las grandes ciudades (Hutzinger, 1991).

2.- Competencia de la práctica

Sintetizar un compuesto organoplúmbico utilizando un reactivo de Grignard

3.- Metodología

Primera parte

A la disolución de bromuro de fenil magnesio obtenida en la práctica anterior se le adiciona una suspensión de 14.5 g de cloruro de plomo (11) en 60 mL de tolueno. El matraz se conecta a un refrigerante. La mezcla se calienta en una canastilla y se agita con un agitador magnético (figura 1). La solución cambia de café rojizo a café verdoso. Se deja que la mezcla empiece a refluir y después de unos minutos se observa la formación de un precipitado oscuro. Se deja en reflujo dos horas, al cabo de las cuales se suspende el calentamiento y se deja que alcance temperatura ambiente.

Segunda Parte

Se hidroliza la mezcla vertiéndola sobre 27 g de cloruro de amonio en 125 g de hielo y 125 g de agua. Se observa la formación de un precipitado blanco. La mezcla se agita durante 15 minutos, al cabo de los cuales se deja reposar y se observa la separación de una fase acuosa y una fase orgánica, mismas que se separan por decantación; la fase acuosa se filtra obteniéndose un sólido de color gris. A este sólido se le practican tres extracciones con 25 mL de cloroformo. Se colectan los extractos y se secan con sulfato de magnesio anhidro, se filtra y se evapora el disolvente obteniéndose un sólido blanco.

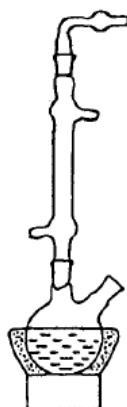


Figura 1.- Dispositivo para la síntesis de tetrafenil plomo

1. Escriba la reacción completa de la síntesis.
2. Con qué fin se adiciona el tolueno?
- 3.- Calcule el rendimiento con respecto al $\text{Pb}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$, obtenido.

4.- Bibliografía

- García, J., Morgado, J. y Sacristán, M. *Educ quím.* 3[4], 266-267, 1992.
- Hutzinger, O., Editor, *The Handbook of Environmental Chemistry*, Volumen 4, Parte C, Springer-Verlag, Berlin-Heilderber, 1991.
- Kokoska, L.C. and Flood, J.W. *Environmental Management Handbook. Toxic Chemical Materiak and Wastes*, M. Dekker, Inc, New York, 1989.
- Perrin, D.D. and Armarego, W.L.F., *Purification of Laborato and Chemical*, 3a. Ed., Pergamon Press, 1988.
- Vogel, A. I., *Tatbook of Practica1 Organic Chemistry*, 5a Ed., Longman, New York, 1989.
- Wilkinson, C., Editor, *Comprehensive Organometallic Chemistry*, Volumen 2, Pergamon Press, Estados Unidos, 1982



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS DE UN PRECURSOR CATALÍTICO DE PALADIO (II)	PRÁCTICA NÚMERO	9
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Matraz de 2 bocas de 25 mL	1
Tapón de hule reversible	1
Barra de agitación magnética	1
Baño de arena	1
Probeta de 10 mL	1
Refrigerante (14/23) con mangueras	1
Recipiente para baño María	1
Soporte universal	1
Termómetro	1
Pipetas de 5mL	2
Placa de agitación con calentamiento	1
Espátula	1
Embudo de separación de 125 mL	1
Vidrio de reloj	1
Propipeta	1
Jeringa de 1.0 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
PdCl ₂	100 mg
Ácido acético glacial	3 mL
Agua destilada	3 mL
Bromuro de alilo	0.5 mL
CH ₂ Cl ₂	10 mL de
MgSO ₄	3 g

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Sofía Varela y Erika Martin	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

Actualmente los complejos organometálicos son muy utilizados como catalizadores en una gran cantidad de reacciones orgánicas como hidrogenación de olefinas, isomerización y acoplamiento carbono-carbono. Las propiedades catalíticas de los compuestos organometálicos dependen del centro metálico y de los ligantes a los que está coordinado ya que estos determinan el entorno estérico y electrónico del metal. Los catalizadores organometálicos suelen ser muy reactivos, por lo que normalmente se preparan precursores más estables que en el seno de la reacción se convierten en la especie catalíticamente activa. En esta práctica se preparará un dímero de paladio (II) con ligante alilo que sirve como precursor catalítico en reacciones de acoplamiento carbono-carbono.

2.- Competencia de la práctica

Preparar un precursor catalítico de paladio (II).

3.- Metodología

En un matraz de 2 bocas de 25 mL coloca 100 mg de cloruro de paladio, 3 mL de ácido acético glacial, 3 mL de agua destilada y una barra de agitación magnética. Coloca un refrigerante en la parte superior conectándolo al flujo de agua e inicia la agitación.

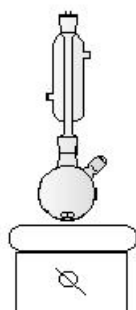


Figura 1. Dispositivo para la preparación del precursor catalítico de paladio (II).

Calienta la mezcla a 100 °C con un baño de arena durante 15 minutos. La temperatura no debe sobrepasar este valor. Asegúrate, mediante un calentamiento lento y un termómetro, de que esto no ocurra. Pasado este tiempo deja que la mezcla se enfríe hasta, aproximadamente, 60 °C.

1. ¿Qué está ocurriendo en esta parte de la reacción?

A la mezcla anterior agrega 0.5 mL de bromuro de alilo utilizando una jeringa.

2. ¿Qué cambios observas en la mezcla de reacción?, ¿a qué podrían deberse?

Calienta a 60 °C con un baño de agua durante 1 hora. *Es muy importante no pasar de esta temperatura.*

3. ¿Qué crees que pueda suceder arriba de 60 °C? Anota tus observaciones y escribe la ecuación química de la reacción que se está efectuando.

Después de la hora de calentamiento deja que la solución se enfríe a temperatura ambiente. Agrega 3 mL de diclorometano, agita y separa la fase orgánica mediante una pipeta Pasteur con mucho cuidado. Realiza 2 extracciones más con 3 mL de CH₂Cl₂ y junta todos los extractos orgánicos en un matraz Erlenmeyer.

Seca la fase orgánica con MgSO₄ anhidro y separa el sólido mediante filtración por gravedad recolectando la fase orgánica en un matraz bola de 25 mL limpio y seco.

4. ¿Qué especies químicas quedaron disueltas en la fase acuosa y cuáles en la fase orgánica?

Lava el sólido con 2 porciones de 3 mL de CH₂Cl₂

5. ¿Qué apariencia tiene el sólido obtenido? Compáralo con el compuesto de partida de paladio.

6. ¿Cuántos electrones tiene el paladio en complejo que se produce en esta reacción?

4.- Bibliografía

- Szafran Z., Pike R. M., Sing M., Microscale Inorganic Chemistry: A Comprehensive Laboratory Experience
- Ed. John Wiley & Sons Inc. 1991.
- Canty A., Compounds of group 10 en Comprehensive Organometallic Chemistry III, Crabtree R., Mingos
- M., eds. 3a Ed., Vol. 8, Elsevier, Amsterdam, 2006.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO
BIOINGENIERÍA



NOMBRE DE LA MATERIA	QUÍMICA ORGANOMETÁLICA	CLAVE	11817
NOMBRE DE LA PRÁCTICA	SÍNTESIS E IMPREGNACIÓN DE CATALIZADORES ORGANOMETÁLICOS	PRÁCTICA NÚMERO	10
PROGRAMA EDUCATIVO	BIOINGENIERÍA	PLAN DE ESTUDIOS	2009-2

EQUIPO-HERRAMIENTA REQUERIDO	CANTIDAD
Barra de agitación magnética	1
Probeta de 10 mL	1
Soporte universal	1
Termómetro	1
Pipetas de 5mL	2
Placa de agitación con calentamiento	1
Espátula	1
Vidrio de reloj	1
Propipeta	1
Jeringa de 1.0 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1

MATERIAL-REACTIVOS REQUERIDOS	CANTIDAD
Alúmina	1 g
Catalizador a base de paladio	0.2 g
Agua	50 mL

SOFTWARE REQUERIDO	
OBSERVACIONES-COMENTARIOS	
Fecha de elaboración	Fecha de última actualización
Elaboró	
Sofía Varela y Erika Martin.	Firma(s)
Revisó	
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma
Miembro de Academia de Bioingeniería	Firma

1.- Introducción

En el pasado, el objetivo en la investigación de la ciencia de la catálisis era la actividad para optimizar la velocidad de reacción, hoy en día se busca la selectividad para formar un producto deseado sin la síntesis de subproductos no deseados. Los nuevos métodos para la preparación de catalizadores son necesarios para controlar parámetros como: tamaño de la partícula, estructura y localización de las partículas del catalizador soportado. El corto tiempo de contacto y la alta temperatura de los procesos catalíticos son las áreas fronterizas de la ciencia de la catálisis.

Para garantizar que los catalizadores presenten una alta calidad y eficiencia en un proceso químico, estos deben reunir las siguientes propiedades: inicialmente la actividad que es la capacidad que tiene el catalizador para aumentar la velocidad de reacción y así transformar un determinado reactivo en producto disminuyendo la energía de activación requerida por la reacción, con respecto a lo realizado sin el catalizador. Es importante resaltar que la actividad aumenta con la porosidad, ya que mejora el acceso a los reactivos, y con la superficie, al aumentar el área disponible para la reacción. (Karina A. De Mendonca, 2012)

Entre los catalizadores utilizados en un sistema heterogéneo se tienen los catalizadores másicos o no soportados los cuales están constituidos exclusivamente por sustancias activas, pueden ser monometálicos o bimetálicos, estos últimos se diseñan para seguir el efecto de la sinergia entre dos metales sin tomar en cuenta la interacción ofrecida por el soporte. Por otro lado se tienen los catalizadores soportados los cuales son más activos ya que poseen una alta área específica, con lo cual se obtienen una mejor dispersión de la fase activa. Estos catalizadores pueden ser preparados por el método de impregnación, que busca la interacción de los metales contenidos en la solución de impregnación con el soporte. (Camacho Gómez &Marín Quintero, 2008)

Hay dos tipos de impregnación. En uno el soporte es sumergido en una solución en exceso, a esta impregnación se le denomina impregnación con exceso de solución. El otro método es denominado impregnación incipiente y consiste en poner en contacto al soporte con la solución por medio de una aspersión. La cantidad de solución a impregnar depende de la porosidad presente en el soporte, pues se desea una monocapa de los compuestos activos en la superficie del soporte. (MouradHalouane, et. al. 2005).

El método de impregnación es el que se utiliza habitualmente en la industria para producir la fase activa en la superficie del soporte. Los precursores se incorporan al soporte por precipitación o cristalización sobre él, a partir de una disolución de la sal metálica, evaporando a sequedad el disolvente. Dependiendo de la relación entre el volumen de la disolución del compuesto metálico y el volumen de poros del soporte, se habla de impregnación normal o por humedad incipiente. En este último tipo de impregnación, se emplea un soporte seco al que se añade un volumen de disolución del componente activo aproximadamente igual a su volumen de poros. El método de impregnación por humedad incipiente se utiliza en aquellos casos en los que se pretende conseguir catalizadores con cargas metálicas elevadas. Sin

embargo, este método conduce normalmente a una distribución muy amplia en el tamaño de partículas del metal ya que el soporte se recubre del material activo de una forma bastante poco homogénea y la dispersión que se consigue es baja.

2.- Competencia de la práctica

Sintetizar catalizadores organometálicos soportados en alúmina a base de paladio.

3.- Metodología

Impregnación incipiente

Para la inmovilización del catalizador se pesan 0.8 g de alúmina y se disuelven en 10 ml de agua destilada. De manera paralela se disuelven 0.2 g de catalizador en 10 mL de agua. La solución con el catalizador es añadida lentamente por gotea a la solución con alúmina en agitación constante. La muestra se deja en agitación durante 24 horas para promover una mayor impregnación por saturación en la alúmina porosa. Posteriormente se calcinan la muestra en un horno a 500°C con una velocidad de calentamiento de 3 °C/min para evitar la descomposición o modificación en el catalizador soportado. Las muestras se almacenan y etiquetan correctamente para su posterior análisis de caracterización.

4.- Bibliografía

- Abayomi J. Akande, Raphael O. Idem, Ajay K. Dalai, Synthesis, characterization and performance evaluation of Ni/Al₂O₃ catalysts for reforming of crude ethanol for hydrogen production. *Applied Catalysis A: General* 287 (2005) 159–175
- Z. Anđić, M. Korać, M. Tasić, Ž. Kamberović, K. Raić, Synthesis and sintering of Cu-Al₂O₃ nanocomposite powders produced by a thermochemical route. *J. Serb. Chem. Soc.* 72 (11) 1115–1125 (2007)
- Diana Rocío Camacho Gómez, Naldy Natalia Marín Quintero, Modificación de Al₂O₃ con metales alcalinos y su evaluación en reacciones de transesterificación. Universidad Industrial Santander, Bucaramanga. 2008.
- Diezueide M. L., Ianibelli V., Jobbagy M. y Amadeo M., Producción de Hidrógeno a partir del reformado de glicerol con vapor de agua. Catalizadores Ni soportados sobre Al₂O₃ modificada con MgO. Hidrogeno y fuentes sustentables de energía – HYFUSEN 2011.

- Edgar Antonio Pérez Ventura, Dr. Merced Martínez Rosales, Formulación de catalizadores de hidroprocesamiento. Memoria de Veranos de la Investigación Científica UG 2012.
- Karina A. De Mendonca, Síntesis, caracterización y evaluación catalítica en hidrodeshulfuración, de nitruros de cobalto y vanadio soportados, por el método de reacción a temperatura programada. Trabajo especial de grado. Caracas, 2012.