

## 1. Identificación de la asignatura

<b>NOMBRE</b>	Experimentación en Química Inorgánica II		<b>CÓDIGO</b>	GQUIMI01-4-003
<b>TITULACIÓN</b>	Graduado o Graduada en Química	<b>CENTRO</b>	Facultad de Química	
<b>TIPO</b>	Obligatoria	<b>Nº TOTAL DE CREDITOS</b>	6.0	
<b>PERIODO</b>	Segundo Semestre	<b>IDIOMA</b>	Español	
<b>COORDINADOR/ES</b>		<b>EMAIL</b>		
CABEZA DE MARCO JAVIER ANGEL		jac@uniovi.es		
<b>PROFESORADO</b>		<b>EMAIL</b>		
CABEZA DE MARCO JAVIER ANGEL		jac@uniovi.es	(English Group)	
CROCHET PASCALE VERONIQUE		crochetpascale@uniovi.es		
Cadierno Menéndez Victorio		vcm@uniovi.es		
GARCIA GARRIDO SERGIO EMILIO		garciagsergio@uniovi.es		

## 2. Contextualización

Esta asignatura (EQI-II) se imparte en el segundo semestre del cuarto curso del Grado en Química. Se trata de una asignatura obligatoria de seis créditos ECTS de la materia Química Inorgánica del Módulo Fundamental.

Los contenidos de esta asignatura experimental tienen una estrecha vinculación con los de la asignatura *Química de los Elementos de Transición*. Los conocimientos previos del alumno sobre enlace, estructura, síntesis, reactividad y caracterización de compuestos y materiales derivados de metales de transición se consolidarán experimentalmente en EQI-II, relacionando aproximaciones teóricas y experimentales.

Los profesores encargados de impartir esta asignatura pertenecen al Área de Química Inorgánica y al Departamento de Química Orgánica e Inorgánica de la Universidad de Oviedo. Javier A. Cabeza de Marco será responsable de los grupos del grado bilingüe (docencia en inglés) PL1-I y PL2-I, Victorio Cadierno Menéndez del grupo PL1, Pascale Crochet del grupo PL2 y Sergio E. García Garrido de los grupos PL3 y PL4.

## 3. Requisitos

Para cursar esta asignatura es requisito obligatorio haber superado la materia básica Química (asignaturas: *Química General y Operaciones Básicas de Laboratorio y Herramientas Informáticas*) y la asignatura *Química de los Elementos de Transición*.

Así mismo, es altamente deseable haber superado la asignatura *Experimentación en Química Inorgánica I* del 3er curso, así como todas las demás asignaturas experimentales del grado, ya que los alumnos de EQI-II pondrán en práctica muchas de las habilidades adquiridas en esos cursos.

## 4. Competencias y resultados de aprendizaje

El alumno debe haber adquirido las siguientes competencias al finalizar la asignatura:

### Competencias Generales

- Demostrar capacidad de análisis y síntesis (CG-1).
- Resolver problemas de forma efectiva (CG-2).
- Demostrar habilidades para la planificación y organización (CG-4).
- Poseer capacidad de tomar decisiones (CG-5).
- Gestionar adecuadamente la información (CG-6).
- Aprender de forma autónoma (CG-9).
- Sensibilizarse con los temas vinculados con el medio ambiente (CG-12).
- Desarrollar el razonamiento crítico (CG-17).
- Trabajar en equipo (CG-18).

### Competencias Específicas-Conocimientos

- Manejar con soltura los fundamentos de la terminología química, nomenclatura, convenios y unidades (CE-1).
- Reconocer la variación de las propiedades periódicas de los elementos químicos (CE-3).
- Describir los tipos de reacciones químicas y sus principales características asociadas (CE-5).
- Aplicar los principios y procedimientos utilizados en el análisis químico para la determinación, identificación y caracterización de los compuestos inorgánicos (CE-6).

- Comprender la cinética del cambio químico, incluyendo los mecanismos de reacción (CE-8).

### Competencias Específicas-Habilidades

- Evaluar, interpretar y sintetizar información química (CE-22).
- Manipular con seguridad los reactivos, instrumentos y dispositivos químicos (CE-25).
- Llevar a cabo procedimientos estándares de laboratorio tanto analíticos como sintéticos (CE-26).
- Monitorizar mediante la observación y medida de las propiedades químicas, sucesos o cambios recopilando la información adecuada (CE-27).
- Utilizar instrumentación estándar para la identificación, cuantificación, separación y determinación estructural de los compuestos de coordinación y organometálicos (CE-29).
- Interpretar datos procedentes de observaciones y medidas de laboratorio en términos de significado y de la teoría que los soporta (CE-30).
- Valorar los riesgos en el uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio (CE-31).
- Utilizar correctamente los métodos inductivo y deductivo en el ámbito de la química (CE-32).

Las competencias de esta asignatura se traducen en los siguientes

### Resultados de aprendizaje

- Conocer y entender las propiedades químicas de los elementos y de sus derivados más importantes.
- Planear adecuadamente el trabajo experimental así como la adquisición de datos asociados al mismo.
- Manejar adecuadamente las fuentes bibliográficas.
- Saber utilizar distintas técnicas de laboratorio y condiciones experimentales para preparar y de purificar compuestos inorgánicos (reacciones en atmósferas protegidas, reacciones a altas y bajas temperaturas, separaciones cromatográficas, etc.).
- Saber utilizar y/o interpretar distintas técnicas de caracterización de los compuestos (espectroscopia IR, RMN (1H y 31P), V-UV, magnetismo, conductividad eléctrica, análisis térmico gravimétrico y difracción de rayos-X de polvos).
- Reconocer y valorar los riesgos asociados al uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio. Trabajar con seguridad.
- Realizar los experimentos con rigor científico.
- Trabajar en el laboratorio con orden y limpieza.
- Elaborar y presentar correctamente un informe tanto de forma oral como escrita, empleando el lenguaje químico adecuado.

## 5. Contenidos

*EQ-II* incluye la síntesis de compuestos de coordinación, compuestos organometálicos y sólidos inorgánicos. Varias de las síntesis se realizan empleando técnicas de vacío y atmósfera inerte. El alumno se familiarizará con métodos de síntesis en disolución y en fase sólida, así como con métodos de purificación de los productos preparados (recristalización, cromatografía). En esta asignatura tiene gran importancia el empleo de técnicas instrumentales de caracterización de los compuestos. Los contenidos se agrupan en cuatro bloques:

### I. Introducción

Presentación de la asignatura. Identificación del material de laboratorio y del equipamiento. Normas sobre la seguridad en el laboratorio y tratamiento de residuos.

### II. Síntesis y caracterización de compuestos de coordinación

**Práctica 1.** Síntesis de los complejos  $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_3$ ,  $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{Co}(\text{kO-NO}_2)(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$  y  $[\text{Co}(\text{kN-NO}_2)(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ . Caracterización mediante conductividad eléctrica en disolución y sus espectros IR y V-UV.

Referencias: *Experimental Methods in Inorganic Chemistry*, J. Tanaka, S. L. Suib; Prentice Hall, 1999. *Inorganic Experiments*, 3rd ed., J. Derek Woolins; Wiley-VCH, 2010. G. M. Williams, J. Olmsted III, A. P. Breksa III, *J. Chem. Ed.* **1989**, 66, 1043.

**Práctica 2.** Síntesis de dos complejos de níquel(II) con estructuras diferentes:  $[\text{Ni}(\text{NCS})_2(\text{PPh}_3)_2]$  y  $[\text{NiCl}_2(\text{PPh}_3)_2]$ . Caracterización mediante medidas de susceptibilidad magnética y espectroscopia IR.

Referencia: *Inorganic Experiments*, 3rd ed., J. Derek Woolins; Wiley-VCH, 2010.

**Práctica 3.** Síntesis del complejo dinuclear  $[\text{Cr}_2(\text{m-O}_2\text{CCH}_3)_4(\text{H}_2\text{O})_2]$  y determinación de su susceptibilidad magnética.

Referencias: *The Synthesis and Characterization of Inorganic Compounds*, W. L. Jolly; Prentice Hall, 1970, p 442. *Practical Inorganic Chemistry. Preparations, Reactions and Instrumental Methods*, G. Pass, H. Sutcliffe; Chapman and Hall, 1974.

### III. Síntesis y caracterización de compuestos organometálicos

**Práctica 4.** Síntesis en varios pasos del complejo iluro de plata  $[\text{Ag}(\text{CH}(\text{PPh}_3)\text{C}(\text{O})\text{CH}_3)_2][\text{NO}_3]$  a partir de trifenilfosfano. Caracterización del mismo y de sus compuestos intermedios mediante medidas de conductividad eléctrica en disolución y sus espectros de IR y RMN de  $^1\text{H}$  y  $^{31}\text{P}\{^1\text{H}\}$ .

Referencia: J. Vicente, M. T. Chicote, I. Saura-Llamas, *J. Chem. Ed.* **1993**, 70, 163.

**Práctica 5.** Síntesis de los complejos de manganeso(I) *fac*-[MnBr(CO)<sub>3</sub>(k<sub>2</sub>P,P-dppm)] y *cis-mer*-[MnBr(CO)<sub>2</sub>(k<sub>2</sub>P,P-dppm){P(OPh)<sub>3</sub>}]  
Caracterización mediante sus espectros de IR en disolución y de RMN de <sup>1</sup>H y <sup>31</sup>P{<sup>1</sup>H}.

Referencia: G. A. Carriedo, *J. Chem. Ed.* **1988**, 65, 1020.

**Práctica 6.** Preparación de [Fe(h<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)(h<sup>5</sup>-C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>COCH<sub>3</sub>)] por acetilación de ferroceno. Purificación por cromatografía de columna y caracterización mediante IR y RMN de <sup>1</sup>H.

Referencias: *Técnica y Síntesis en Química Inorgánica*, R. J. Angelici; Reverté, 1979. *Microscale Inorganic Chemistry: A Comprehensive Laboratory Experience*, Z. Szafran, R. M. Pike, M. M. Singh; John Wiley, 1991.

#### IV. Síntesis y caracterización de sólidos

**Práctica 7.** Preparación de oxalatos hidratados de metales del grupo II, MC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·nH<sub>2</sub>O (M = Ca, Sr, Ba). Caracterización mediante análisis termogravimétrico.

Referencia: *Microscale Inorganic Chemistry. A Comprehensive Laboratory Experience*, Z. Szafran, R. M. Pike, M. M. Singh; John Wiley, 1991.

**Práctica 8.** Síntesis y del óxido mixto CaMnO<sub>3</sub>. Caracterización por difracción de rayos-X de polvo.

Referencia: *Inorganic Experiments*, 3rd ed., J. Derek Woolins; Wiley-VCH, 2010.

### 6. Metodología y plan de trabajo

El primer día del curso el profesor presentará la asignatura, identificará el material y equipamiento de laboratorio que se va a utilizar y resaltarán aspectos importantes relativos a seguridad en el laboratorio y toxicidad y peligrosidad de los productos químicos.

Cada alumno realizará los experimentos individualmente. Se seguirán las siguientes pautas:

1. El alumno debe acudir a cada sesión de prácticas habiendo leído y comprendido el guión de la práctica a realizar y habiendo repasado los conceptos teóricos que correspondan.
2. El profesor explicará el fundamento teórico de la práctica, los montajes y operaciones experimentales a realizar y las precauciones de seguridad a tener en cuenta.
3. El alumno ajustará las reacciones implicadas y realizará los cálculos numéricos previos necesarios para determinar las cantidades y proporciones molares de los reactivos utilizados.
4. El alumno preparará el montaje de la reacción en los casos en que sea necesario.
5. El alumno ejecutará la práctica siguiendo el guión y calculará los rendimientos de los productos.
6. Para caracterizar los productos, el alumno realizará las medidas analíticas apropiadas y/u obtendrá los datos que estas proporcionen.
7. El alumno analizará e interpretará todas las observaciones y datos obtenidos.
8. Durante y después de cada experimento, el alumno mantendrá limpios los materiales, equipos y zonas de trabajo utilizados.
9. Tras cada experimento, se realizará una puesta en común grupal donde se discutirán los resultados obtenidos y las bases teóricas de los mismos.

Todas las operaciones en el laboratorio se realizarán bajo la atenta supervisión del profesor, que dará explicaciones complementarias de forma individual o por grupos y velará por la correcta ejecución de los experimentos y el cumplimiento de las medidas de seguridad. Así mismo, el profesor preguntará frecuentemente a los alumnos cuestiones que le permitan conocer el nivel de comprensión de la misma por parte del alumno así como su capacidad para llevarla a cabo.

Los alumnos deberán elaborar un cuaderno de laboratorio, donde recogerán el procedimiento experimental llevado a cabo, la descripción detallada de los resultados obtenidos y su interpretación. El cuaderno recogerá también un comentario sobre la caracterización de los compuestos con las distintas técnicas empleadas, así como respuestas a preguntas que el profesor puede formular

Distribución horaria del trabajo a realizar por los alumnos:

	<b>TRABAJO PRESENCIAL</b>	<b>TRABAJO NO PRESENCIAL</b>
--	---------------------------	------------------------------

<b>Temas</b>	<b>Horas totales</b>	<i>Seminarios</i>	<i>Prácticas de laboratorio</i>	<i>Sesiones de evaluación</i>	<b>Total</b>	<i>Trabajo grupo</i>	<i>Trabajo autónomo</i>	<b>Total</b>
Bloque I		1			1			
Bloque II		1	22		23		42	42
Bloque III		2	22		24		38	38
Bloque IV		1	8		9		10	10
<b>Total</b>	<b>150</b>	5	52	3	<b>60</b>			<b>90</b>

<b>MODALIDADES</b>		<b>Horas</b>	<b>%</b>	<b>Total %</b>
Presencial	Seminarios	5	3.3	<b>40</b>
	Prácticas de laboratorio	52	34.7	
	Sesiones de evaluación	3	2	
No presencial	Trabajo en Grupo			<b>60</b>
	Trabajo Individual	90	60	
Total		<b>150</b>		

## 7. Evaluación del aprendizaje de los estudiantes

Es obligatoria la asistencia a todas las sesiones de laboratorio, excepto en casos debidamente justificados, en los que el profesor podrá permitir no asistir a un número reducido de horas o sesiones de laboratorio.

En convocatoria ordinaria, el aprendizaje de los estudiantes se evaluará mediante:

(a) *Su trabajo en el laboratorio (35 %)*

- Nivel de preparación de la práctica, discusiones teórico-prácticas entre el alumno y el profesor, actitud participativa del alumno.
- Cumplimiento de las medidas de seguridad y tratamiento de residuos. Orden y limpieza en la realización de la práctica y en el laboratorio.
- Destreza del alumno en la realización de las prácticas. Calidad de los resultados obtenidos.
- Utilización adecuada de las técnicas de caracterización de los compuestos e interpretación de sus resultados.

(b) *Su cuaderno del laboratorio (15 %)*

El alumno entregará al final de las prácticas su cuaderno para que sea evaluado. Se tendrá en cuenta:

- La descripción adecuada de los experimentos. En cada práctica se recogerán también las reacciones realizadas (ajustadas) y los cálculos necesarios.
- La claridad expositiva y la correcta organización de su contenido.
- La interpretación de los resultados experimentales y analíticos.
- La capacidad de estructuración y de sistematización.
- El manejo apropiado de las fuentes bibliográficas.

(c) *Un examen escrito (50 %)*

El examen se realizará al final del semestre. Constará de preguntas y/o ejercicios sobre la materia impartida que permitan valorar el nivel de conocimiento de los fundamentos teóricos y de los aspectos experimentales de las prácticas del programa.

Para superar la asignatura en convocatoria ordinaria será necesario alcanzar una nota mínima de 4 sobre 10 tanto en el examen escrito como en el trabajo más cuaderno de laboratorio y la calificación final, que será la suma ponderada de los aspectos evaluables comentados, deberá de ser igual o superior a 5 sobre 10.

En convocatoria extraordinaria, llevará a cabo (a) un ejercicio práctico en el laboratorio, estrechamente relacionado con las prácticas realizadas, y elaborará un informe del mismo, y (b) un ejercicio escrito (análogo al de la convocatoria ordinaria). Ambas pruebas se evaluarán con los mismos criterios que los empleados a la convocatoria ordinaria. Cada una de estas pruebas contribuirá con un 50 % a la nota final. Para superar la asignatura, la nota final deberá ser igual o superior a 5 puntos sobre 10 y, además, será necesario obtener una nota mínima de 4 puntos sobre 10 tanto en el ejercicio práctico como en el escrito.

## **8. Recursos, bibliografía y documentación complementaria**

### *Recursos*

El laboratorio está dotado del material y del equipamiento necesarios para el adecuado desarrollo de las prácticas. El material incluye vitrinas extractoras de gases, recipientes y conexiones de vidrio, líneas de vacío-nitrógeno, bombas de vacío, vasos Dewar, agitadores-calentadores, mantas calefactoras, balanzas, estufas y mufla. También se dispone de instalaciones de nitrógeno gas, nitrógeno líquido y hielo, y de la instrumentación necesaria para llevar a cabo medidas experimentales de caracterización de compuestos inorgánicos, tales como aparatos para medir puntos de fusión, balanzas magnéticas (2), espectrofotómetros de IR (2) y de V-UV (2), y conductímetro. Otros instrumentos de caracterización se encuentran ubicados en los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo (espectrómetros de RMN, equipos de análisis térmico-gravimétrico y difractor de rayos-X de polvo).

### *Bibliografía y documentación complementaria*

Antes de empezar esta asignatura, el alumno tendrá a su disposición, a través del Campus Virtual de la Universidad de Oviedo, un manual de prácticas que incluirá un guión detallado de cada una de los experimentos y su correspondiente bibliografía, así como consideraciones sobre normas de seguridad y toxicidad de los productos.

Además de ayudarse mediante la bibliografía específica en que cada práctica está basada (ver el apartado 5), el alumno puede recurrir a la bibliografía general que se cita a continuación, ya que también puede ser de utilidad para el desarrollo de la asignatura:

- *Seguridad en el Laboratorio de Química*, F. J. García Alonso; Universidad de Oviedo, 2011.
- *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 91st ed., D. R. Lide, W. M. M. Haynes (Ed.); CRC Press, 2011.
- *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*; 6th ed., K. Nakamoto; Wiley, 2009.
- *Practical Inorganic Chemistry*, G. Marr, B. W. Rockett; van Nostrand Reinhold Co., 1972.
- *Inorganic Experiments*; 3rd ed., J. Derek Woolins; Wiley-VCH, 2010.
- *Integrated Approach to Coordination Chemistry*, R. A. Marusak, K. Doan, S. D. Cummings; Wiley-Interscience, 2007.
- *Experimental Methods in Inorganic Chemistry*, J. Tanaka, S. L. Suib; Prentice Hall, 1999.
- *Microscale Inorganic Chemistry. A Comprehensive Laboratory Experience*, Z. Szafran, R. M. Pike, M. M. Singh; John Wiley, 1991.
- *The Synthesis and Characterization of Inorganic Compounds*, W. L. Jolly; Prentice Hall, 1970.
- *Practical Inorganic Chemistry. Preparations, Reactions and Instrumental Methods*, G. Pass, H. Sutcliffe; Chapman and Hall, 1974.
- *Técnica y Síntesis en Química Inorgánica*, R. J. Angelici; Reverté, 1979.

Los siguientes libros de texto pueden emplearse como material de apoyo:

- *Chemistry of the Elements*, 2nd ed., N. N. Greenwood, A. Earnshaw; Elsevier, 1998,
- *Advanced Inorganic Chemistry*, 6th ed., F. A. Cotton, G. Wilkinson, C. A. Murillo, M. Bochmann; Wiley, 1999.
- *Inorganic Chemistry*, 34th ed., A. F. Holleman, E. Wiberg; Academic Press, 2001.