

**Práctica 4. Espectroscopia IR y Análisis Elemental****Obtención de una serie de complejos con DMSO como ligante****a) Reacción de  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  con  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ .**

Colocar 95 mg (0.71 mmol) de cloruro de cobre(II) dihidratado en un matraz Erlenmeyer de 10 mL equipado con una barra magnética. Agregar 0.25 mL de alcohol etílico y agitar hasta disolución completa del cloruro de cobre(II). Añadir con lentitud, 1 mL de DMSO. La reacción exotérmica es inmediata y produce un precipitado verde brillante. Dejar agitando la mezcla de reacción por 5 minutos más. Separar el producto por filtración al vacío y lavar el sólido obtenido con dos porciones de 1 mL de éter etílico. Seque y pese este sólido.

**b) Reacción de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  con  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ .**

Colocar 110 mg (0.27 mmol) de nitrato de hierro(III) nonahidratado en un matraz Erlenmeyer de 10 mL equipado con una barra magnética. Colocar el matraz Erlenmeyer en una parrilla de calentamiento con agitación magnética. Agregar 1 mL de dimetilsulfóxido y calentar la mezcla de reacción para disolver el nitrato de hierro(III) y continuar el calentamiento hasta la aparición de un sólido amarillo. Dejar de calentar y continuar con la agitación durante 5 min más hasta la formación de un sólido amarillo limón. Separar el producto por filtración al vacío. Lavar el sólido obtenido con dos porciones de 1 mL de acetona. Secar y pesar el sólido obtenido.

**c) Reacción de  $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  con  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ .**

Colocar 225 mg (0.64 mmol) de cloruro de estaño(IV) pentahidratado en un matraz Erlenmeyer de 10 mL equipado con una barra magnética. Agregar 0.25 mL de agua destilada y agitar hasta disolución completa del cloruro de estaño(IV). Añadir con lentitud, 1 mL de DMSO. La reacción exotérmica es inmediata y produce un precipitado blanco. Dejar agitando la mezcla de reacción por 5 minutos más. Separar el producto por filtración al vacío. Lavar el sólido obtenido con dos porciones de 1 mL de acetona. Secar y pesar el sólido obtenido.

**d) Reacción de  $\text{PdCl}_2$  con  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ .**

En un matraz Erlenmeyer de 10 mL equipado con una barra magnética colocar 1.5 mL de DMSO. Agitar y poner a calentar el DMSO. Agregar lentamente 200 mg (1.12 mmol) de cloruro de paladio(II). La disolución toma una coloración café, y gradualmente se empieza a poner naranja. Si queda algo del cloruro de paladio sin reaccionar se decanta la disolución a un vaso de precipitados de 10 mL y se deja calentado y en agitación, aproximadamente 30 minutos más, hasta la formación de un sólido naranja. Separar el producto por filtración al vacío. Lavar el sólido obtenido con dos porciones de 1 mL de éter etílico. Secar y pesar el sólido obtenido.

### e) Reacción de $\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ con $(\text{CH}_3)_2\text{SO}$ .

Colocar 100 mg (0.38 mmol) de cloruro de rutenio(III) trihidratado en un matraz bola de 10 mL equipado con una barra magnética. Agregar 1 mL de dimetilsulfóxido. Poner un refrigerante de agua en posición de reflujo. Colocar este equipo en un baño de arena, adaptado sobre una parrilla de calentamiento con agitación magnética. Calentar la mezcla de reacción a reflujo hasta que la disolución cambia a un color amarillo-negro ( $\pm 1$  h aproximadamente). Dejar enfriar la disolución y transferirla a un vaso de precipitados de 10 mL. Reducir el volumen de la disolución a la mitad agitando y calentando con la parrilla. En este punto puede formarse un sólido amarillo-grisáceo. Enfriar la mezcla en un baño de hielo y añadir 1 mL de acetona. Agitar la disolución y aparecerá un sólido amarillo-grisáceo. Agregar 1 mL de agua y separar el sólido negro (cloruro de rutenio(III) sin reaccionar) por filtración al vacío. La disolución amarilla se transfiere a un vaso de precipitados de 10 mL y se reduce el volumen de la disolución agitando y calentando hasta la aparición de un sólido amarillo. Separar el producto por filtración al vacío; puede usarse acetona para transferir el sólido al embudo. Secar y pesar el sólido obtenido.

### Cuestionario a responder durante la sesión de síntesis:

Para cada una de las reacciones, proponer una estructura para el compuesto obtenido y calcular el % teórico de C, H, N y S para la fórmula correspondiente. Guardar el producto en un vial pesado previamente y dejar en un desecador.

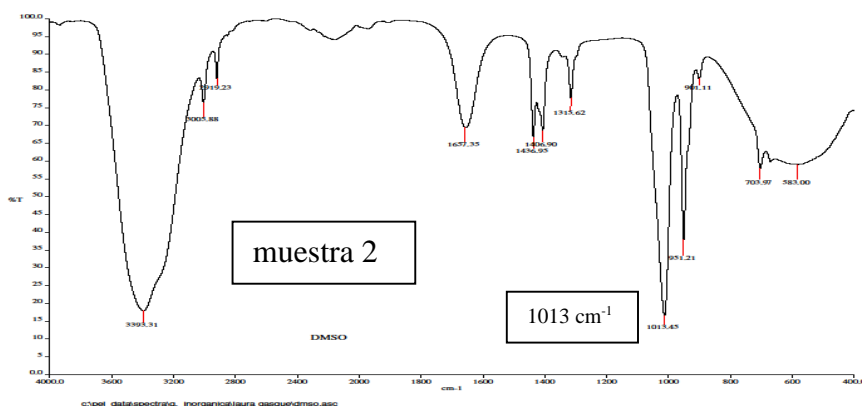
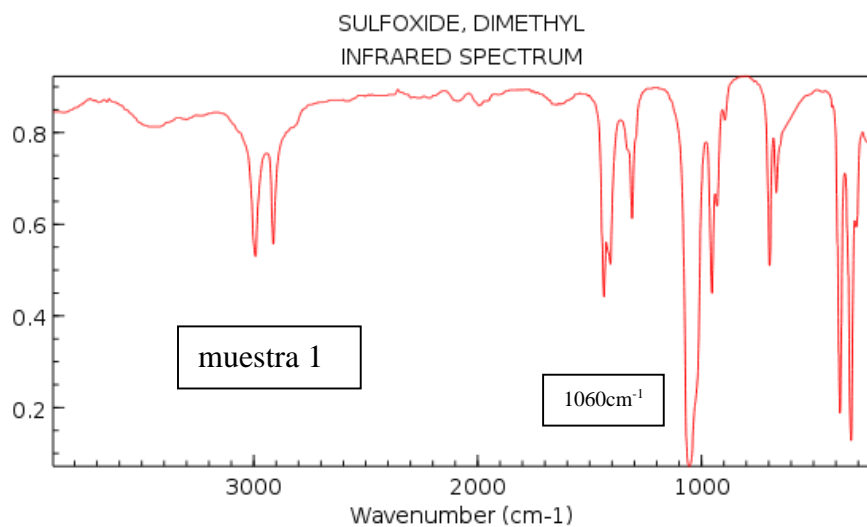
Una vez secos los productos, determinar su masa.

Reacción	Estructura propuesta	Fórmula condensada	Composición teórica				Masa obtenida
			%C	%H	%N	%S	
a							
b							
c							
d							
e							

## Cuestionario final:

### DMSO

1. Asignar las vibraciones correspondientes a las principales bandas en el espectro del DMSO (muestra 1).
2. En la siguiente figura se presentan los espectros de dos muestras de DMSO. Dar una explicación para las diferencias.



### Producto (a)

- a.1 Comparar el análisis elemental observado con el calculado y si es necesario, proponer otra fórmula que se ajuste mejor al análisis experimental.
- a.2 Comparar el espectro de IR del compuesto obtenido con los de DMSO solo (tanto con el de la muestra 1 como el de la muestra 2); analizar y explicar las diferencias.

#### Producto (b)

- b.1 Comparar el análisis elemental observado con el calculado y si es necesario, proponer otra fórmula que se ajuste mejor al análisis experimental.
- b.2 Comparar el espectro de IR del compuesto obtenido con los de DMSO solo (tanto con el de la muestra 1 como el de la muestra 2); analizar y explicar las diferencias.
- b.3 También analizar y explicar las diferencias entre los espectros de los compuestos (a) y (b).

#### Producto (c)

- c.1 Comparar el análisis elemental observado con el calculado y si es necesario, proponer otra fórmula que se ajuste mejor al análisis experimental.
- c.2 Comparar el espectro de IR del compuesto obtenido con los de DMSO solo (tanto con el de la muestra 1 como el de la muestra 2); analizar y explicar las diferencias.

#### Producto (d)

- d.1 Comparar el análisis elemental observado con el calculado y si es necesario, proponer otra fórmula que se ajuste mejor al análisis experimental.
- d.2 Comparar el espectro de IR del compuesto obtenido con los de DMSO solo (tanto con el de la muestra 1 como el de la muestra 2); analizar y explicar las diferencias.
- d.3 Analizar y explicar las diferencias entre el espectro de este compuesto y el de los productos a, b y c en la región de  $900-1200\text{cm}^{-1}$

#### Producto (e)

- e.1 Comparar el análisis elemental observado con el calculado y si es necesario, proponer otra fórmula que se ajuste mejor al análisis experimental.
- e.2 Comparar el espectro de IR del compuesto obtenido con los de DMSO solo (tanto con el de la muestra 1 como el de la muestra 2); analizar y explicar las diferencias.
- e.3 Analizar y explicar las diferencias entre el espectro de este compuesto y el de los productos a, b y c en la región de  $900-1200\text{cm}^{-1}$

#### Pregunta difícil:

- e.4 Analizar y explicar las diferencias entre el espectro de este compuesto y el de los productos a, b, c y d en la región de  $900-1200\text{cm}^{-1}$ .