

EXAMEN PRÁCTICO



**51st — International
Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019**

¡Hacer ciencia juntos!

2019-07-24



MINISTÈRE
DE L'ÉDUCATION
NATIONALE ET
DE LA JEUNESSE

MINISTÈRE
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR,
DE LA RECHERCHE
ET DE L'INNOVATION

Instrucciones generales

- Este manual contiene 28 páginas.
- Antes del inicio del examen práctico, se da el comando **Leer**. Tendrá 15 minutos para leer el folleto del examen. Solo puedes leer durante este tiempo; No escriba ni use la calculadora.
- Puede comenzar a trabajar tan pronto como se dé el comando de inicio. Luego tendrás 5 horas para completar el examen.
- Puede trabajar en las tareas en cualquier orden, pero se recomienda comenzar con el problema P1.
- Todos los resultados y las respuestas deben estar claramente escritos en lápiz en sus respectivas áreas diseñadas en los exámenes. **Las respuestas escritas fuera de los cuadros de respuestas no serán calificadas.**
- Si necesita papel rayado, use la parte de atrás de las hojas de examen. Recuerde que nada fuera de las áreas diseñadas será calificado.
- La versión oficial en inglés del folleto del examen está disponible previa solicitud y sirve solo para aclaraciones.
- Si necesita salir del laboratorio (para ir al baño o tomar una bebida o un refrigerio), levante la tarjeta correspondiente. Un asistente de laboratorio vendrá a acompañarte.
- Los estantes sobre los bancos no se deben usar durante la tarea con el propósito de la igualdad.
- Debe seguir las reglas de seguridad establecidas en los reglamentos de la ICHO. Si incumple las reglas de seguridad, solo recibirá una advertencia del asistente de laboratorio. Cualquier violación de las reglas de seguridad después de la primera advertencia resultará en su despido del laboratorio y la anulación de su examen práctico.
- Los productos químicos y el material de laboratorio, a menos que se indique lo contrario, se rellenarán o reemplazarán sin penalización solo para el primer incidente. Cada incidente adicional resultará en la deducción de 1 punto de sus 40 puntos de examen práctico.
- El supervisor de laboratorio anunciará una advertencia de **30 minutos** antes del comando Detener.
- Debe detener su trabajo inmediatamente cuando se anuncie el comando Detener. Si no deja de trabajar o de escribir por un minuto o más, se anulará su examen práctico.
- Después de que se haya dado el comando de detención, el supervisor de laboratorio vendrá a firmar su hoja de respuestas.
- Después de que tanto el supervisor como usted firmen, coloque este folleto del examen en el sobre y envíelo para que lo califique junto con su producto y las placas de cromatografía de capa fina (TLC).

Reglas de laboratorio y seguridad.

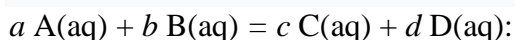
- Debe usar una bata de laboratorio y mantenerla abotonada. El calzado debe cubrir completamente el pie y el talón.
- Siempre use gafas de seguridad o gafas graduadas cuando trabaje en el laboratorio. No use lentes de contacto.
- No coma ni beba en el laboratorio. No se permiten los chicles.
- Trabajar solo en el área designada. Mantenga su área de trabajo y las áreas de trabajo comunes ordenadas.
- No se permiten experimentos no autorizados. No se permite ninguna modificación de los experimentos.
- No pipetee con la boca. Utilice siempre un bulbo de relleno de pipeta.
- Limpie los derrames y la cristalería rota de inmediato tanto desde el banco como desde el piso.
- Todos los residuos deben desecharse adecuadamente para evitar la contaminación o lesiones. Las soluciones de agua son elegibles para la eliminación por el fregadero. Los residuos orgánicos deben eliminarse en el contenedor tapado marcado.

Constantes físicas y ecuaciones.

En estos problemas, asumimos que las actividades de todas las especies acuosas se aproximan bien por su concentración respectiva en mol L⁻¹. Para simplificar aún más las fórmulas y expresiones, se omite la concentración estándar $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$.

Constante de Avogadro:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$
Constante universal de gas:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
Presión estándar:	$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$
Presión atmosférica:	$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$
Cero de la escala Celsius:	273.15 K
Constante de Faraday:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Vatio:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilovatios hora:	$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$
Constante de Planck	$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Velocidad de la luz en vacío:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Cargo elemental:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Energía eléctrica:	$P = \Delta E \times I$
Eficiencia energética:	$\eta = P_{\text{obtenido}} / P_{\text{aplicado}}$
Relación Planck-Einstein:	$E = hc/\lambda$
Ecuación del gas ideal:	$pV = nRT$
Energía libre de Gibbs:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Cociente de reacción Q para una reacción



$$Q = \frac{[\text{C}]^c [\text{D}]^d}{[\text{A}]^a [\text{B}]^b}$$

Ecuación de Henderson–Hasselbalch:

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{A}^-]}{[\text{AH}]}$$

Ecuación de Nernst–Peterson:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{zF} \ln Q$$

Donde Q es el cociente de la reacción de la hemireacción de reducción

$$\text{a } T = 298 \text{ K}, \frac{RT}{F} \ln 10 \approx 0.059 \text{ V}$$

Ley de Beer–Lambert:

$$A = \epsilon l c$$

Leyes de velocidad en su forma integrada:

- Orden 0:

$$[\text{A}] = [\text{A}]_0 - kt$$

- Primer orden:

$$\ln[\text{A}] = \ln[\text{A}]_0 - kt$$

- Segundo orden:

$$1/[\text{A}] = 1/[\text{A}]_0 + kt$$

Tiempo de vida medio para procesos de primer orden:

$$t_{1/2} = \ln 2 / k$$

Masa molar promedio en número M_n :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$$

Masa molar promedio en masa M_w :

$$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$$

Indice de polidispersidad I_p :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n}$$

Note

La unidad de concentración molar es "M" o "mol L⁻¹":

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$1 \text{ } \mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Tabla Periódica

1 H 1.008																	18 He 4.003
3 Li 6.94	4 Be 9.01											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13 Al 26.98	14 Si 28.09	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 35.45	18 Ar 39.95
19 K 39.10	20 Ca 40.08	21 Sc 44.96	22 Ti 47.87	23 V 50.94	24 Cr 52.00	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.55	30 Zn 65.38	31 Ga 69.72	32 Ge 72.63	33 As 74.92	34 Se 78.97	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.95	43 Tc -	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.8	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	57-71	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po -	85 At -	86 Rn -
87 Fr -	88 Ra -	89-103	104 Rf -	105 Db -	106 Sg -	107 Bh -	108 Hs -	109 Mt -	110 Ds -	111 Rg -	112 Cn -	113 Nh -	114 Fl -	115 Mc -	116 Lv -	117 Ts -	118 Og -

57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm -	62 Sm 150.4	63 Eu 152.0	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0
89 Ac -	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np -	94 Pu -	95 Am -	96 Cm -	97 Bk -	98 Cf -	99 Es -	100 Fm -	101 Md -	102 No -	103 Lr -



Definición de declaraciones GHS

Las declaraciones de peligro de GHS (frases H) asociadas con los materiales utilizados se indican en los problemas. Sus significados son los siguientes.

Peligros físicos

H225 Líquido y vapores muy inflamables.

H226 Líquidos y vapores inflamables.

H228 Sólido inflamable.

H271 Puede provocar incendios o explosiones; oxidante fuerte.

H272 Puede intensificar el fuego; oxidante

H290 Puede ser corrosivo para los metales.

Riesgos para la salud

H301 Tóxico por ingestión.

H302 Nocivo por ingestión.

H304 Puede ser fatal si se ingiere y entra en las vías respiratorias.

H311 Tóxico en contacto con la piel.

H312 Nocivo en contacto con la piel.

H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares.

H315 Causa irritación de la piel.

H317 Puede provocar una reacción alérgica en la piel.

H318 Provoca lesiones oculares graves.

H319 Provoca irritación ocular grave.

H331 Tóxico si se inhala.

H332 Nocivo si se inhala.

H333 Puede ser nocivo si se inhala.

H334 Puede provocar síntomas de alergia o asma o dificultades respiratorias si se inhala.

H335 Puede causar irritación respiratoria.

H336 Puede provocar somnolencia o vértigo.

H351 Se sospecha que provoca cáncer.

H361 Se sospecha que perjudica a la fertilidad o al feto.

H371 Puede provocar daños en los órganos.

H372 Provoca daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.

H373 Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.

Peligros ambientales

H400 Muy tóxico para la vida acuática.

H402 Nocivo para la vida acuática.

H410 Muy tóxico para la vida acuática con efectos de larga duración.

H411 Tóxico para la vida acuática con efectos de larga duración.

H412 Nocivo para la vida acuática con efectos de larga duración.

Reactivos químicos

Para todos los problemas

Sustancia química	Etiquetado como	Definición de peligrosidad GHS
Agua desionizada en: - Frasco (mesa) - Botella plástica (mesa) - Recipiente plástico (con capucha)	Agua desionizada	No peligroso
Etanol, en frasco	Etanol	H225, H319
Muestras de vino blanco , 300 mL en botellas de plástico ámbar.	Muestra de vino	H225, H319

Para el problema P1

Sustancia química	Etiquetado como	Definición de peligrosidad GHS
4-nitrobenzaldehído, 1.51 g en vial de vidrio ámbar	4-nitrobenzaldehído	H317, H319
Eluente A, 20 mL en vial de vidrio	Eluente A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluente B, 20 mL en vial de vidrio	Eluente B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (sal de peroxomonosulfato de potasio), 7.87 g en botella plástica	Oxone [®]	H314
Muestra de 4-nitrobenzaldehído para TLC	TLC estándar	H317, H319

Para problema P2

Sustancia química	Etiquetado como	Definición de peligrosidad GHS
Solución de tiocianato de potasio 1 M, 20 ml en una botella de plástico	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
Solución de tiocianato de potasio 0.00200 M, 60 ml en una botella de plástico	KSCN 0.00200 M	No peligroso
Solución de ácido perclórico 1 M, 10 ml en botella de plástico	HClO ₄	H290, H315, H319
Solución de hierro (III) 0.00200 M, 80 ml en botella de plástico	Fe(III) 0.00200 M	No peligroso
Solución de hierro (III) 0.000200 M, 80 ml en botella de plástico	Fe(III) 0.000200 M	No peligroso
Solución de peróxido de hidrógeno al 0.3%, 3 ml en una botella de vidrio ámbar	H ₂ O ₂	No peligroso

Para problema P3

Sustancia química	Etiquetada como	Definición de peligrosidad GHS
Solución de yodo 0.01 M, 200 ml en una botella de vidrio ámbar	I₂	H372
Solución de tiosulfato de sodio 0.03 M, 200 ml en botella de plástico	Na₂S₂O₃	No peligroso
Solución de NaOH 1 M, 55 ml en botella de plástico	NaOH	H290, H314
Solución de ácido sulfúrico 2.5 M, 80 ml en botella de plástico	H₂SO₄	H290, H315, H319
Solución de yoduro de potasio 0.5 M, 25 ml en botella de plástico	KI	H372
Yodato de potasio, aprox. 100 mg (masa exacta escrita en la etiqueta), en un vial de vidrio	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Solución de almidón, 25 ml en botella de plástico.	Starch	No peligroso

Equipo**Para todos los problemas**

Equipo personal	Cantidad
Bombilla de llenado de pipetas	1
Gafas protectoras	1
Botella de plástico de 1 l para residuos orgánicos, etiquetada como "residuos orgánicos"	1
Toallas de papel	15 hojas
Limpiaparabrisas de precisión (toallas)	30 hojas
Espátula (grande)	1
Espátula (pequeña)	1
Reloj cronómetro	1
Lápiz	1
Borrador	1
Lapicero negro	1
Rotulador para la cristalería (pilot)	1
Regla	1

Equipo para compartir	Cantidad
Lámpara UV para visualizar TLC	2 por lab
Colorímetro	5 por lab
Guantes	Todos los tamaños (S, M, L, XL) pedir a los asistentes del laboratorio
Cubeta para hielo	1 por lab

For problem P1

Equipo Personal	Cantidad
Stand de laboratorio con: - Soporte de pinza con pinza pequeña. - Soporte de pinza con pinza grande.	1 2 1
Matraz Erlenmeyer con junta esmerilada, 100 mL	1
Matraz Erlenmeyer con junta esmerilada, 50 mL	1
Condensador de reflujo	1
Agitador de placa	1
Plato de cristalización	1
Barra de agitación magnética	1
Matraz de succión (Kitasato)	1
Embudo Büchner con adaptador de goma	1
Bolsa zip con 3 piezas de papel de filtro.	1
Placa de Petri	1
Cámara de elución de TLC, etiquetada como "cámara de elución de TLC"	1
Bolsa zip con 3 placas de TLC (con indicador de fluorescencia), etiquetado con el Código del estudiante	1
TLC graduated spotters (placas en la placa Petri)	4
Pinzas de plástico	1
Varilla de vidrio	1
Probeta graduada, 25 ml	1
Beaker, 150 ml	2

Embudo de plástico	1
Pipeta de plástico desechable	2
Vial de vidrio ámbar, para muestra de TLC, 1,5 ml, con tapón, etiquetado C y R	2
Frasco de vidrio ámbar previamente pesado, 10 ml, con tapón, etiquetado con el Código del estudiante	1
Barra de agitación magnética	1

Para problema P2

Equipo Personal	Cantidad
Pipeta volumétrica, 10 ml.	1
Pipeta graduada, 10 ml.	3
Pipeta graduada, 5 ml.	3
Soporte de tubos de ensayo	1
Tubo de ensayo	15
Tapón del tubo de ensayo	7
Cubeta colorimétrica, longitud del recorrido 1.0 cm.	2
Beaker, 100 ml	2
Pipeta de plástico desechable	15

Para problema P3

Equipo Personal	Cantidad
Soporte con pinza de bureta.	1
Bureta, 25 ml	1
Embudo de transferencia de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer, 100 mL	3
Matraz Erlenmeyer, 250 mL	3
Beaker, 150 ml	1
Beaker, 100 ml	2
Matraz volumétrico, 100 ml, con tapón.	1
Pipeta volumétrica, 50 ml.	1
Pipeta volumétrica, 25 ml.	1
Pipeta volumétrica, 20 ml.	1
Probeta, 25 ml	1
Probeta graduada, 10 ml	1
Probeta graduada, 5 ml	1
Pipeta de plástico desechable	3
Papel parafilm	20 hojas

Problema P1 13% del total	Pregunta	Rendimiento	Pureza	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Puntos	12	12	8	2	3	37
	Puntaje						

Problema P1. Haciendo más verde la oxidación del nitrobenzaldehído

Durante las últimas décadas, los químicos han tratado de reemplazar los reactivos dañinos en los procesos de oxidación para reducir el tratamiento de residuos peligrosos. En este problema, el peroxomonosulfato de potasio ha sido elegido como agente oxidante, ya que solo produce sales de sulfato no tóxicas y no contaminantes. Se proporciona aquí como Oxone®. Además, la reacción en sí se realiza en una mezcla de agua y etanol, que se clasifican como disolventes verdes.

Su tarea es realizar la oxidación del 4-nitrobenzaldehído, recrystalizar el producto, comparar los eluentes de cromatografía de capa fina (TLC) y verificar la pureza del producto mediante TLC.

Nota: los residuos de etanol y eluentes deben disponerse en la botella rotulada “Organic waste”.

Procedimiento

I. Oxidación del 4-nitrobenzaldehído

- Mezcle** 20 mL de agua and 5 mL de etanol.
- Inserte** la barra magnética en el frasco Erlenmeyer esmerilado de 100 mL.
- Transfiera** los 1.51 g previamente pesados de 4-nitrobenzaldehído al frasco Erlenmeyer. **Añada** la mezcla de agua / etanol preparada previamente. **Sujete** el matraz Erlenmeyer al soporte. **Comience** a agitar la mezcla, luego **agregue** los 7.87 g de Oxone® pesados previamente.
- Acople** el condensador, en posición de reflujo, con el frasco Erlenmeyer como se muestra en la Figura 1 (aflojando y ajustando las pinzas grande y pequeña). Levante la tarjeta de **HELP**. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir el agua y encender el calentador-agitador.
- Caliente** la mezcla de reacción en reflujo (*aprox* 1 gota de reflujo por segundo) por 45 minutos. La marca en el calentador corresponde a el poder necesario para lograr un reflujo suave.

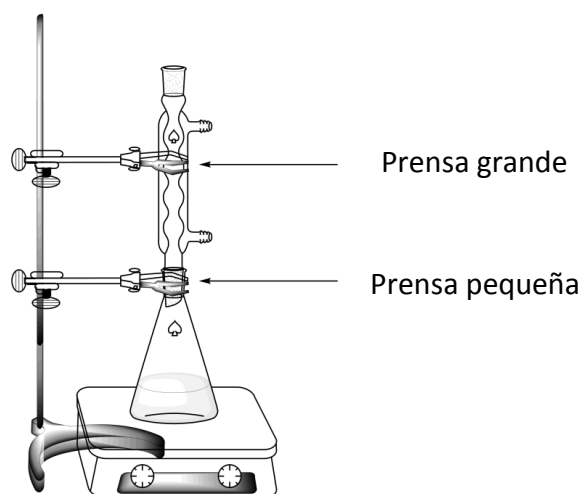


Figura 1. Esquema para calentar la mezcla de reacción con reflujo

6. Luego **apague** el calentador-agitador. Retire el calentador-agitador y permita que la mezcla de reacción se enfríe durante 10 minutos. Coloque la mezcla en el plato de cristalización, que contiene una mezcla de hielo y agua. Dejar reposar durante otros 10 minutos.

7. **Arme** un sistema de filtración al vacío (ver Figura 2) utilizando un embudo Büchner, un papel de filtro y un Kitasato, el cual se sujeta al soporte empleando una pequeña pinza. **Levante** la tarjeta **HELP**. Un asistente de laboratorio mostrará cómo conectar el Kitasato al sistema de vacío.

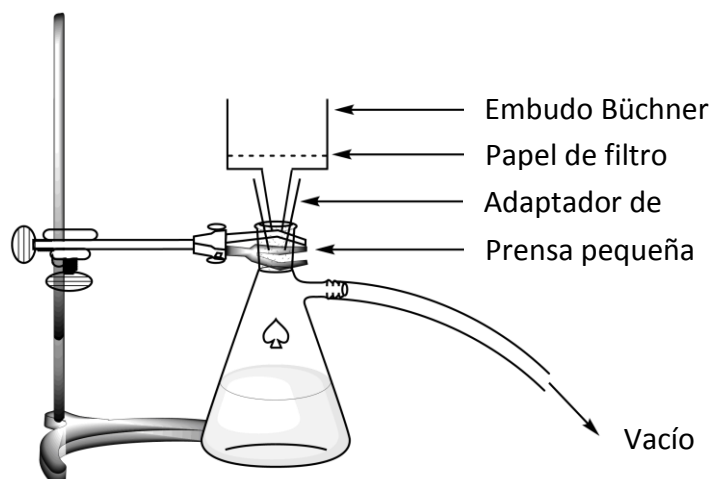


Figure 2. Sistema de filtración al vacío

8. **Humedezca** el papel de filtro y **asegúrese** de que cubra todos los orificios del embudo Büchner.
9. **Vierta** la suspensión del producto crudo en el embudo Büchner y aplique vacío. Lave el sólido con agua desionizada (al menos 4 porciones de 20 mL).
10. **Deje** que el aire fluya a través del precipitado durante 5 minutos para **secar previamente** el producto. **Desconecte** el sistema de vacío. Use la espátula pequeña para transferir una punta de espátula del producto en el vial de vidrio ámbar de 1,5 mL, identificado con la etiqueta C. Cierre el vial y guárdelo para la parte III.
11. **Transfiera** todo el sólido restante al frasco Erlenmeyer esmerilado de 50 mL.
12. **Deseche** el filtrado en la botella identificada "Organic Waste" y **lave** tanto el Kitasato como el embudo Büchner con etanol y agua. Deseche los lavados de etanol en la botella identificada "Organic Waste".

II. Recristalización del producto

13. **Prepare** de una mezcla de 9 mL de agua y 21 mL de etanol.
14. **Recristalice** el producto crudo contenido en el matraz Erlenmeyer de 50 mL con la cantidad apropiada de esta mezcla de agua / etanol, utilizando el mismo sistema empleado en el calentamiento por reflujo (Figura 1). Levante la tarjeta de **HELP**. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir el agua y encender el calentador-agitador. **Añada** el disolvente por la parte superior del condensador, en caso de ser necesario.
15. Una vez que el producto haya cristalizado, use el mismo procedimiento descrito anteriormente (I.7 a I.10) para recolectar el sólido. **Use** la espátula pequeña para transferir una punta de espátula

del producto recristalizado en el vial de vidrio ámbar de 1,5 mL, rotulado con la letra **R**. **Cierre** el vial y guárdelo para la parte III.

16. **Transfiera** el sólido purificado en el vial previamente pesado, marcado con su Código de Estudiante. Cierre el vial.
17. **Deseche** el filtrado en la botella de "residuos orgánicos" y levante su tarjeta de **HELP**. Un asistente de laboratorio vendrá a apagar el agua del condensador.

III. Análisis por Cromatografía de Capa Fina (TLC)

1. **Prepare la cámara de elución.** **Vierta eluyente A** en la cámara de elución de forma que alcance una altura de aproximadamente 0,5 cm. Cubra el recipiente con una placa de Petri. Espere a que el eluyente sature la atmósfera en la cámara de elución.
2. **Prepare sus muestras.** Se le proporciona una muestra de 4-nitrobenzaldehído en un vial de vidrio ámbar etiquetado como **TLC standard** (denominado **S** en el TLC). Usted también conservó una pequeña muestra de su **producto crudo** (vial **C**) y su producto **recristalizado** (vial **R**) en otros dos viales de vidrio ámbar. **Agregue** aproximadamente 1 ml de etanol a cada uno de los viales para disolver las muestras.
3. **Prepare su placa de TLC.** Use un lápiz para dibujar con cuidado la línea de inicio (1 cm por encima de la parte inferior de la placa) y marque las posiciones donde se impregnarán las 3 muestras. **Etiquételos** como **S** (Material de partida), **C** (Producto crudo) y **R** (Producto recristalizado), como se muestra en la Figura 3. En la parte superior izquierda de la placa, escriba su código de estudiante (Student Code). En la parte superior derecha de la placa, escriba el eluyente empleado (primero eluyente A, luego eluyente B). Coloque una porción de cada muestra en la placa, utilizando los capilares.

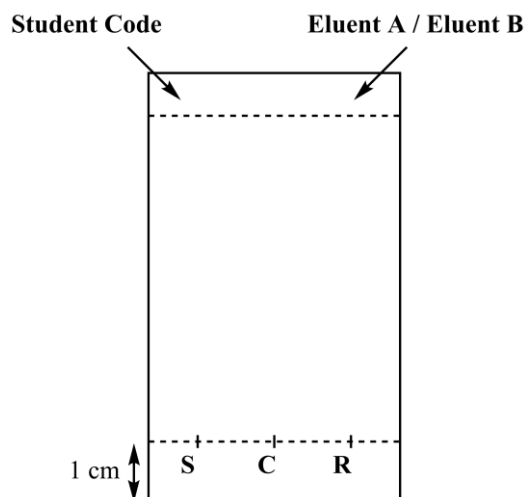


Figure 3. Preparación de la placa de TLC

4. **Realice el análisis por TLC.** Empleando las pinzas, inserte la placa de TLC en la cámara de elución y cúbrala con la placa de Petri. Deje que el eluyente alcance aproximadamente 1 cm por debajo de la parte superior de la placa. Con unas pinzas, retire la placa, marque el frente de eluyente empleando un lápiz y deje que la placa se seque al aire.
5. **Revelado de TLC.** Coloque la placa de TLC bajo de la lámpara UV que se ubica en la mesa común. Con un lápiz, encierre en círculos todos los puntos visibles.
6. **Deseche** el eluyente en la botella etiquetada con la leyenda "Organic Waste".

7. **Repita** los pasos 1, 3, 4, 5 y 6 con el eluente B.
8. **Coloque** sus placas de TLC en la bolsa de sello hermético identificada (zipped bag) con su código de estudiante.

Resultados de su análisis de TLC (**complete** los esquemas con sus resultados). Puede usar estos dibujos para hacer un esquema de sus placas de TLC que pueden ayudarlo a responder las siguientes preguntas. El esquema no será calificado.

Eluent A	Eluent B
<div style="border-top: 1px dashed black; margin-bottom: 5px;"></div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border-top: 1px dashed black; padding-top: 5px;"> S C R </div>	<div style="border-top: 1px dashed black; margin-bottom: 5px;"></div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border-top: 1px dashed black; padding-top: 5px;"> S C R </div>

Al final del examen, su supervisor de laboratorio recogerá los siguientes ítems:

- Vial de vidrio identificado con su código de estudiante (**Student Code**) que contiene su producto recristalizado;
- Placas TLC A y B en bolsas de sello hermético (zipped bag) identificadas con su **Student Code**.

Submitted items	
Producto recristalizado	<input type="checkbox"/>
TLC placa A	<input type="checkbox"/>
TLC placa B	<input type="checkbox"/>
Firmas	
_____ Student	_____ Lab Supervisor

Preguntas

1. **Proponga** una estructura para el producto orgánico final de la reacción del 4-nitrobenzaldehído y Oxone[®].

2. Con base en sus resultados del análisis por TLC, **conteste** las siguientes preguntas.

- ¿Cuál eluyente es mejor para el progreso de la reacción?

A **B**

- El producto crudo (C) contiene trazas de 4-nitrobenzaldehído.

Verdadero **Falso**

- El producto recristalizado (R) contiene trazas de 4-nitrobenzaldehído.

Verdadero **Falso**

Problema P2	Pregunta	Calibración	Determinación de hierro	P2.1	P2.2	P2.3	Determinación Estequiométrica	P2.4	P2.5	Total
14% del total	Puntos	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Nota									

Problema P2. La edad del hierro del vino.

El hierro es un elemento que naturalmente se encuentra en el vino. Cuando su concentración excede de 10 a 15 mg por litro, la oxidación del hierro (II) en hierro (III) puede conducir a una pérdida de calidad, a través de la formación de precipitados. Por lo tanto, es necesario evaluar el contenido de hierro del vino durante su producción.

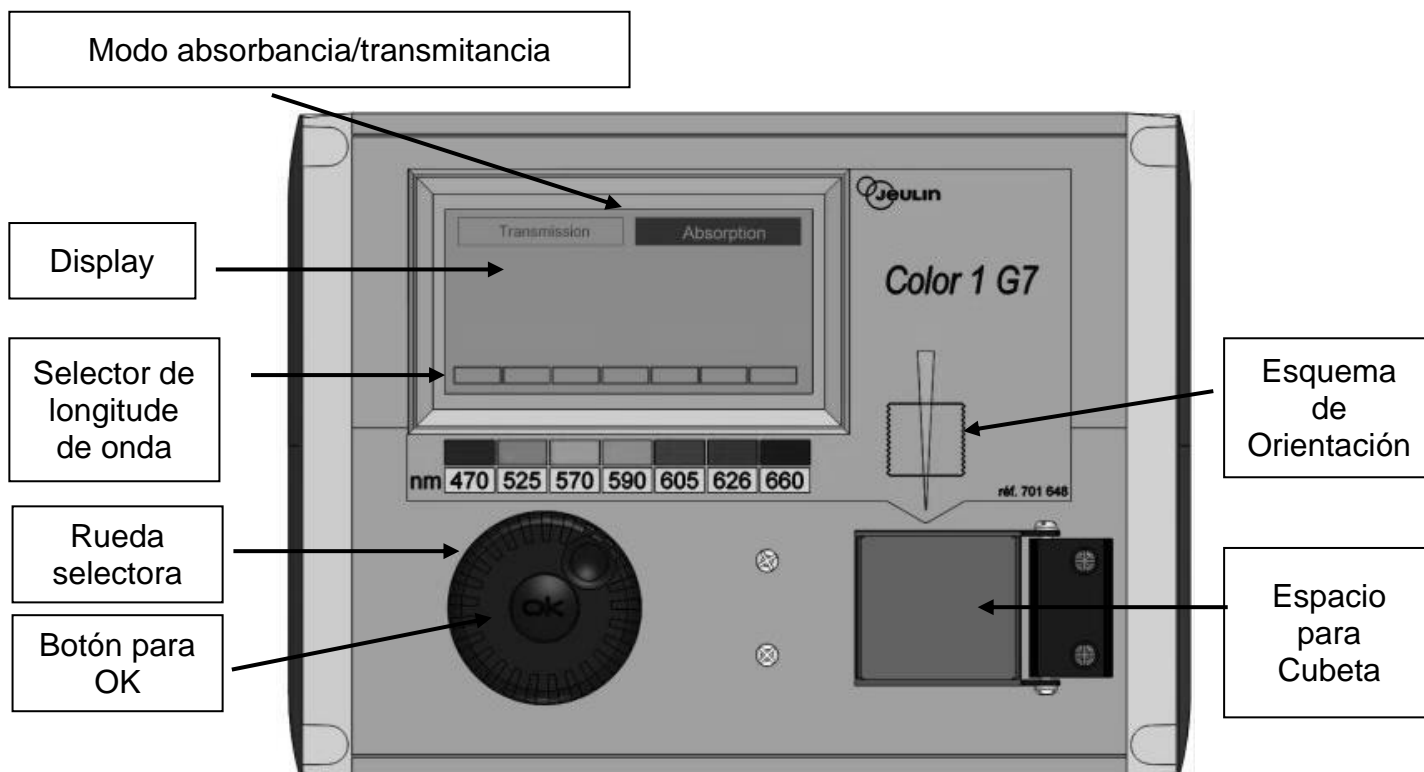
Dada la muy baja concentración de especies de hierro, se usa un complejo coloreado de hierro (III) con tiocianato SCN⁻ como ligando para cuantificar la cantidad de hierro, a través de mediciones espectrofotométricas.

Su tarea es determinar la concentración total de hierro del vino blanco proporcionado, utilizando espectrofotometría, y determinar la estequiometría del complejo tiocianato - hierro (III).

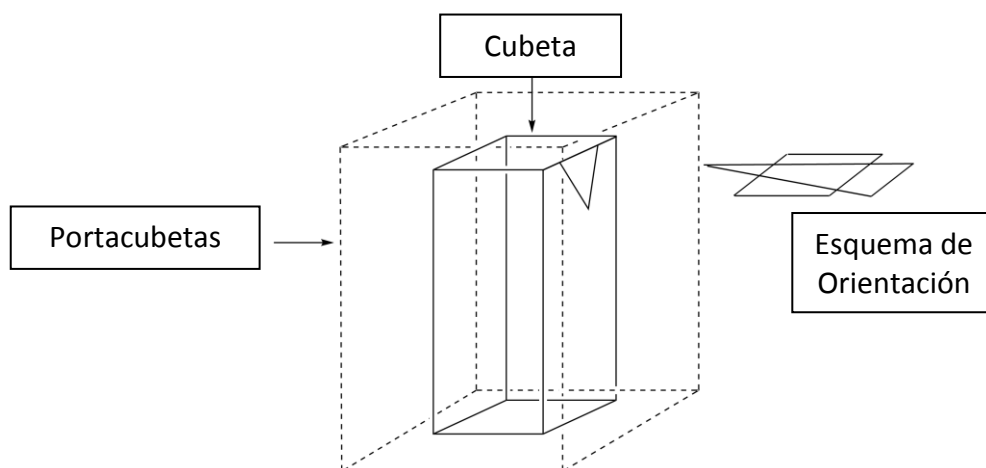
ADVERTENCIA

- En esta tarea, se le proporcionan dos soluciones de hierro (III) y dos soluciones de tiocianato de potasio de diferentes concentraciones. Ten mucho cuidado de no confundirlos.
- Una vez que las soluciones estén listas para las mediciones espectrofotométricas, registre la absorbancia a más tardar una hora después de la adición de tiocianato.
- Cuando necesite un colorímetro, levante su tarjeta de AYUDA. Un asistente de laboratorio te dará un colorímetro etiquetado. Tendrá el uso exclusivo de este colorímetro por hasta 15 minutos. El asistente de laboratorio lo devolverá tan pronto como haya terminado o cuando hayan transcurrido los 15 minutos. Si no hay un colorímetro disponible en el momento preciso, se lo agregará a una lista de espera.
- Las instrucciones para el colorímetro se presentan en la página siguiente.
- Puede pedir el colorímetro solo tres veces para este problema.

Instrucciones para el uso del colorímetro



- Enchufe el colorímetro.
- Compruebe que "Absorbancia" está resaltado. De lo contrario, gire la rueda de selección hasta que aparezca una línea discontinua alrededor de "Absorción" y luego presione el botón OK.
- Gire la rueda de selección hasta que aparezca una línea discontinua alrededor de la longitud de onda deseada (470 nm). Presione el botón OK.
- Coloque la cubeta con aproximadamente 3 cm de altura de la solución blanco en el portacubetas. Tenga cuidado de elegir la orientación correcta (observe el esquema de orientación en el colorímetro, la viga está en la dirección de la flecha amarilla, vea la figura a continuación), y empuje la cubeta hacia abajo hasta la posición final. Cerrar la tapa.
- Gire la rueda de selección hasta que aparezca una línea discontinua alrededor de "Absorbancia" y luego presione el botón OK. Usando la rueda de selección, resalte "Calibración" y presione el botón OK.
- Espere hasta que la pantalla muestre 0.00 (o -0.00).
- Coloque la cubeta con aproximadamente 3 cm de altura de la solución analizada en el tanque. Cerrar la tapa.
- Lea el valor de absorbancia



I. Determinación del contenido de hierro en vino

En esta parte, necesitará la solución de hierro (III) 0.000200 M y la solución de tiocianato de potasio 1 M.

Procedimiento

1. **Prepare** 6 tubos agregando a cada tubo los volúmenes requeridos de las soluciones provistas, como se describe en la tabla a continuación.

Tube #	1	2	3	4	5	6
0.000200 M de solución de hierro (III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Solución de ácido perclórico 1 M	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vino					10.0 mL	10.0 mL
Solución de peróxido de hidrógeno					0.5 mL	0.5 mL
Agua desionizada	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

1. **Tapar** los tubos y homogeneizar.

2. **Agregue** 1.0 ml de solución de tiocianato de potasio 1 M en los tubos 1, 2 3, 4 y 5. No agregue el tubo 6. Tape y homogeneice.

3. Cuando todos los tubos estén listos, levante su tarjeta de AYUDA para obtener un colorímetro de un asistente de laboratorio.

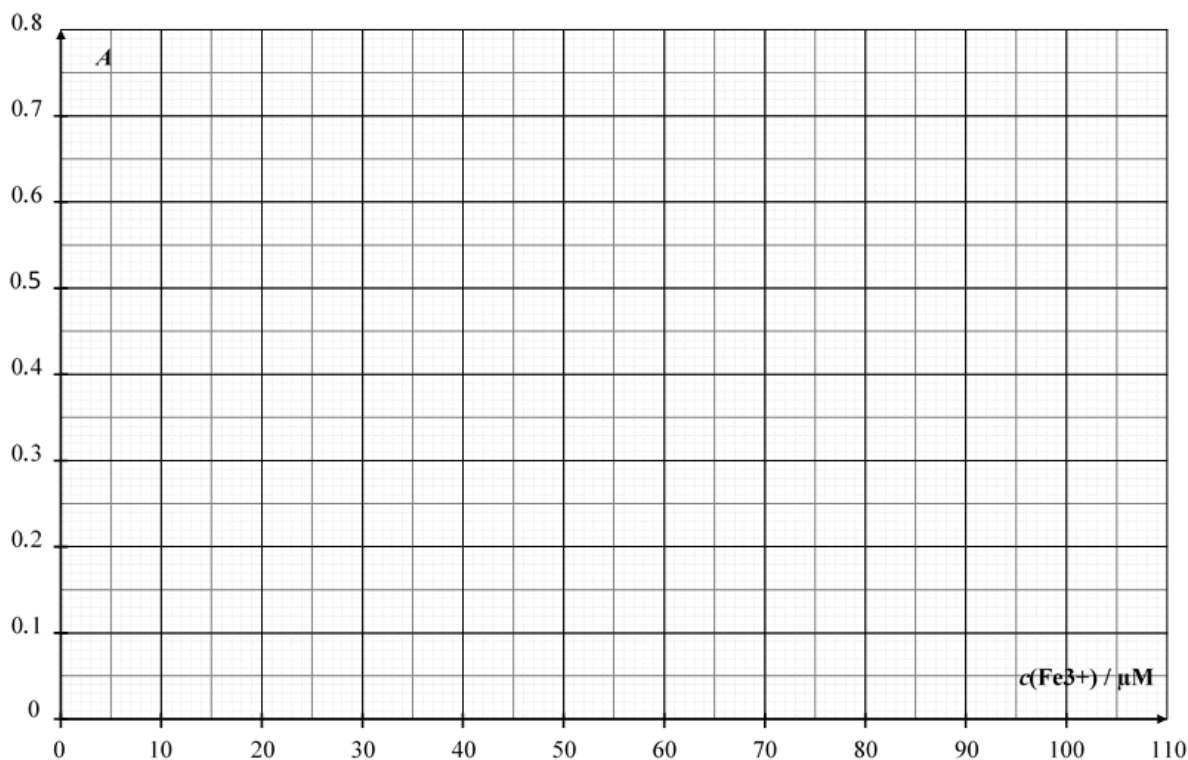
4. **Prepare** el colorímetro siguiendo el procedimiento descrito anteriormente (consulte la página 16). Ajuste la longitud de onda a 470 nm. Use agua desionizada para el blanco.

5. **Registre** la absorbancia de cada tubo (1 a 6) a esta longitud de onda. Reporte los resultados en la siguiente tabla. Levanta tu tarjeta de AYUDA para devolver el colorímetro.

Tubo #	1	2	3	4	5	6
Absorbancia (a 470 nm)						
Concentración analítica de Fe^{3+} en el tubo $c(\text{Fe}^{3+})$ / μM	16	32	64	96		
Código del colorímetro						

Preguntas

1. **Grafique** la absorbancia A de los tubos **1** a **4** como función de la concentración analítica de Fe^{3+} en el tubo.



2. A continuación, marque las casillas de los datos que considerará para su curva de calibración.

Tube #	1	2	3	4
Valores de absorbancia utilizados para la curva de calibración.				

3. Utilizando la gráfica anterior y los datos que ha elegido, trace la línea recta de calibración en la gráfica anterior para determinar la concentración analítica (en $\mu\text{mol L}^{-1}$) de Fe^{3+} en el tubo 5.

$$c(\text{Fe}^{3+})_{\text{TUBO 5}} = \underline{\hspace{2cm}} \mu\text{mol L}^{-1}$$

Si no puede calcular $c(\text{Fe}^{3+})$, el valor de $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ puede ser usado en el resto del problema.

4. **Calcule** la concentración en masa, en mg por litro, de hierro en el vino blanco estudiado.

$$c_m(\text{hierro}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

II. Determinación del complejo estequiométrico

En esta parte, necesitará la solución de hierro (III) 0.00200 M y la solución de tiocianato de potasio 0.00200 M.

Procedimiento

En la parte I de este problema, usamos el color del complejo de hierro (III) tiocianato para determinar la concentración de hierro en la muestra de vino. La parte II de este problema tiene como objetivo investigar la estequiometría del complejo $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (no se muestra la coordinación del agua), donde a y b son números enteros no mayores que 3.

Se le proporcionan las siguientes soluciones acuosas para esta parte:

- Solución de hierro (III) 0.00200 M (ya acidificada) (80 ml)
- 0.00200 M de solución de tiocianato de potasio (80 ml)

También tiene tubos de ensayo (con tapones que puede lavar y secar), pipetas graduadas, una cubeta con espectrofotómetro, un colorímetro (a solicitud) y cualquier otro material de laboratorio en su mesa que considere útil.

1. **Rellene** las tres primeras líneas de la siguiente tabla con los valores de volumen que le permitirán determinar la estequiometría del complejo mediante mediciones espectrofotométricas. *No tienes que rellenar todas las columnas.* **Calcule** la fracción molar de hierro (III) en cada tubo, usando la siguiente fórmula.

$$x(\text{Fe}^{3+}) = \frac{V_{\text{Fe(III)}}}{V_{\text{Fe(III)}} + V_{\text{SCN}^-}}$$

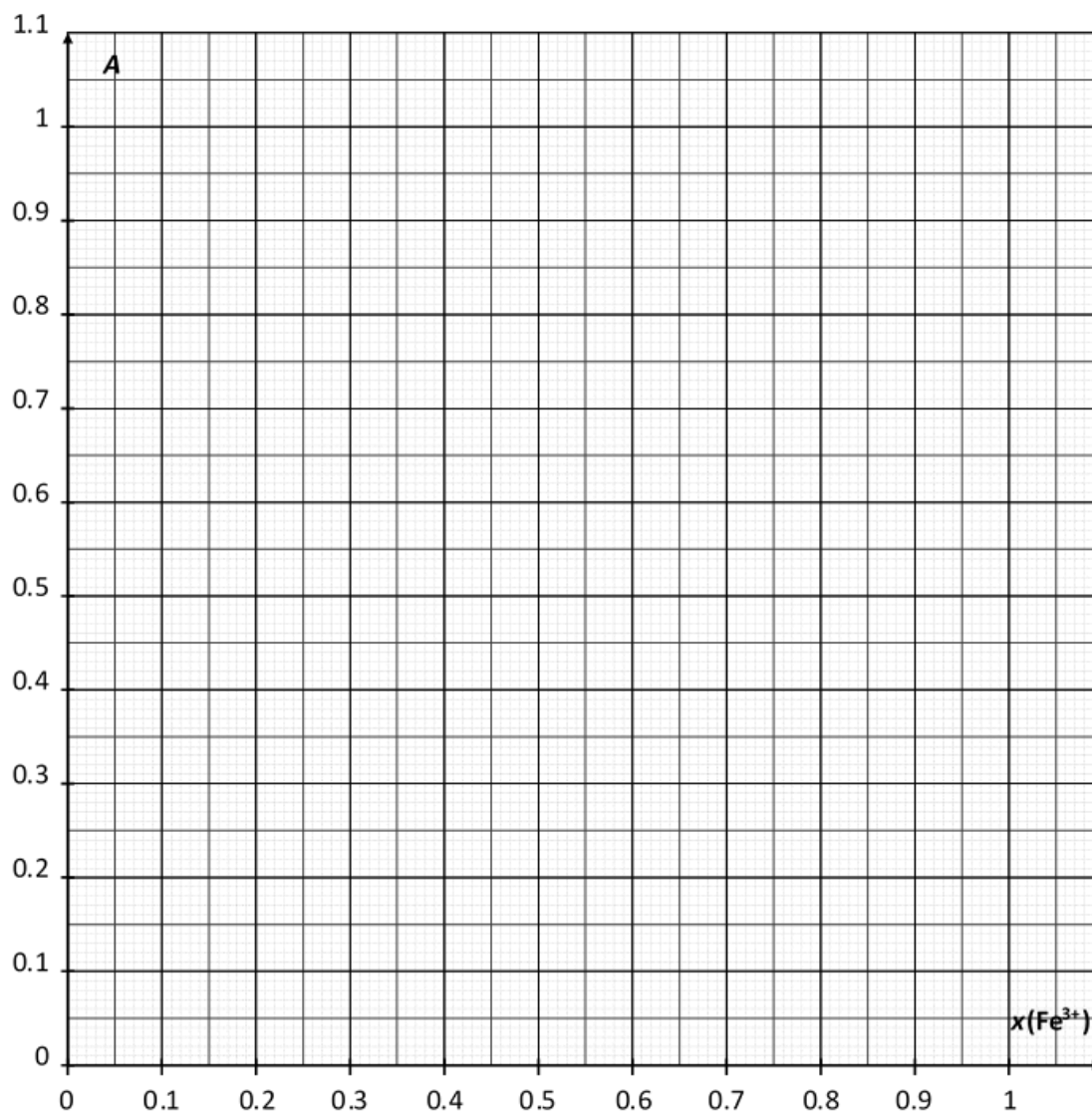
Tubo #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen de 0.00200 M de disolución de hierro (III) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen de 0.00200 M de disolución de tiocianato de potasio $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Fracción Molar de hierro(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbancia (a 470 nm)									
Código del colorímetro									

1. **Prepare** los tubos. Cuando estén listos todos los tubos, levante la tarjeta de AYUDA para usar el colorímetro con la ayuda del asistente del laboratorio.

2. **Prepare** el colorímetro usando el método descrito antes (página 16). Coloque la longitud de onda a 470 nm. **Use** agua desionizada para el blanco.
3. **Escriba** la absorbancia de cada tubo a esta longitud de onda. **Reporte** el resultado en la tabla previa.

Preguntas

1. **Grafique** la absorbancia A de los tubos como función de la fracción molar de hierro(III) $x(\text{Fe}^{3+})$.



2. Basado en tus resultados experimentales, **determine** la estequiometría del complejo $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

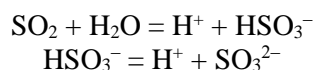
$$a = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$b = \underline{\hspace{2cm}}$$

Problema P3 13% del total	Pregunta	Titulación I	Titulación II	Titulación III	P3.1	P3.2	P3.3	P3.4	P3.5	Total
	Puntos	10	10	8	4	4	2	2	2	42
	Puntaje									

Problema P3. Preservando el vino

El dióxido de azufre, SO_2 , es usado como preservante del vino. Cuando se añade SO_2 al vino, éste puede reaccionar con el agua produciendo iones bisulfito, HSO_3^- , y protones, H^+ . El bisulfito, a su vez, puede transformarse a ion sulfito, SO_3^{2-} , por pérdida de un segundo protón.



Estas tres formas distintas del dióxido de azufre en agua pueden reaccionar con las sustancias químicas presentes en el vino tales como acetaldehído, pigmentos, azúcares, etc. formando productos P. La concentración total de dióxido de azufre es la suma de las concentraciones de las tres formas (SO_2 , HSO_3^- y SO_3^{2-}) y de P.

La concentración de este preservante está regulada porque los sulfitos y el dióxido pueden ser dañinos para algunas personas. En la Unión Europea, la concentración máxima total de dióxido de azufre es de 100 mg L^{-1} para el vino tinto y de 150 mg L^{-1} para el vino blanco o rosé.

Tu tarea será determinar la concentración total de dióxido de azufre en una muestra de vino blanco mediante titulación yodométrica.

Procedimiento

I. Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio

- Se te ha entregado una muestra de aproximadamente 100 mg de yodato de potasio puro KIO_3 . La masa exacta está escrita en la etiqueta del vial. **Escribe este valor** en la tabla que está líneas abajo.
- Prepara** 100 mL de una solución de yodato de potasio usando el matraz aforado de 100 mL, empleando toda la muestra de yodato de potasio que se te entregó y agua desionizada. Esta es la solución **S**.
- En un matraz Erlenmeyer de 100 mL, **añade**:
 - 20 mL de la solución **S** medidos con una pipeta volumétrica;
 - 5 mL de la solución de yoduro de potasio KI (0.5 M), medidos con la probeta de 5 mL;
 - 10 mL de la solución de ácido sulfúrico (2.5 M), medidos con la probeta de 10 mL.
- Agita** manualmente el matraz Erlenmeyer, **cúbralo** con una hoja de Parafilm y **déjelo** reposar en su mesa de trabajo por lo menos por cinco minutos.
- Llena** la bureta con la solución de tiosulfato de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, usando un vaso de precipitados. **Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer agitando constantemente. Cuando la solución se torne de color amarillo pálido, **añada** 10 gotas de la solución de almidón (starch) y **continúa titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen usado en esta titulación como volumen V_1 .
- Repite** el procedimiento (pasos 3-5) las veces que consideres necesario.

Masa exacta de yodato de potasio (valor escrito en la etiqueta)	
Análisis n°	V₁ / mL
1	
2	
3	
Valor de V₁ / mL	

II. Estandarización de la solución de yodo

- Con una pipeta volumétrica, **transfiere** 25 mL de la solución de yodo I₂ a un matraz Erlenmeyer de 100 mL.
- Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer con la solución de tiosulfato de sodio. Cuando la solución se torne de color amarillo pálido, **añada** 10 gotas de la solución de almidón (starch) y **continúe titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen usado como volumen V₂.
- Repite** el procedimiento (pasos 1-2) las veces que consideres necesario.

Análisis n°	V₂ / mL
1	
2	
3	
Valor de V₂ / mL	

III. Determinación de la concentración total de dióxido de azufre

1. Con una pipeta volumétrica, **transfiere** 50 mL de la muestra de vino a un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. **Añade** 12 mL de la solución de hidróxido de sodio (1 M), medidos con una probeta de 25 mL. **Cubre** el matraz con una hoja de Parafilm, **agita** manualmente la mezcla y déjala reposar por al menos 20 minutos.
3. **Añade** 5 mL de la solución de ácido sulfúrico (2.5 M), y aproximadamente 2 mL de la solución de almidón (starch) usando un gotero de plástico descartable.
4. **Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer con la solución de yodo en la bureta, hasta que aparezca un color oscuro y permanezca por lo menos 15 segundos. **Registra** el volumen de esta titulación como volumen V_3 .
5. **Repite** el procedimiento (pasos 1-4) las veces que consideres necesario.

Análisis n°	V_3 / mL
1	
2	
3	
Valor de V_3 / mL	

Preguntas

1. **Escribe** las ecuaciones balanceadas de todas las reacciones que ocurren durante la estandarización de la solución de tiosulfato de sodio.

2. **Calcula** la concentración molar de la solución de tiosulfato de sodio. La masa molar del yodato de potasio es $M(\text{KIO}_3) = 214.0 \text{ g mol}^{-1}$.

$c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$

Si no pudiste calcular la $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, puedes usar como valor $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ para el resto del problema.

3. **Calcula** la concentración molar de la solución de yodo.

$$c(\text{I}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mol L}^{-1}$$

Si no pudiste calcular la $c(\text{I}_2)$, puedes usar como valor $c(\text{I}_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ para el resto del problema.

4. **Escribe** la ecuación de la reacción entre el yodo I_2 y el dióxido de azufre SO_2 , asumiendo que el dióxido de azufre se oxida a iones sulfato SO_4^{2-} .

5. **Calcule** la concentración total, en mg por litro, de dióxido de azufre en la muestra de vino. La masa molar del dióxido de azufre es $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c(\text{SO}_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{mg L}^{-1}$$

PENALIDADES

Incidente #	Firma del estudiante	Firma del supervisor de Lab
1 (sin penalidad)		
2		
3		
4		
5		