

EXAMEN PRÁCTICO



Making science together!
¡ Vamos México ! Tiempo, tiempo, tiempo.

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 examen consta de ____27__ páginas. Revisa que está completa.
- Antes de iniciar espera la orden de leer (**Read**). Tienes 15 minutos para leer todo con cuidado. Sólo puedes leer en este tiempo, **no escribir o usar la calculadora**.
- Cuando digan **Start** puedes iniciar tu trabajo. Tienes **5 horas para hacer todo el examen**.
- Puedes iniciar con cualquiera de los problemas pero se recomienda iniciar con el **P1**.
- Todas las respuestas deben estar claramente escritas **CON PLUMA** en las áreas designadas. **Lo que escribas afuera no se calificará.**
- Usa la parte de atrás de las hojas para cálculos adicionales **pero recuerda que esto no se califica**.
- Si tienes dudas puedes consultar la versión oficial del examen en inglés.
- Usa las tarjetas si quieres ir al baño o comer algo, para que un ayudante te acompañe.
- No pongas cosas en las repisas superiores (para que todos tengan el mismo espacio).
- Debes seguir todas las **reglas de seguridad**. Si haces algo indebido se te hará una única advertencia y a la segunda vez se te expulsará del examen.
- A menos de que se indique otra cosa, el material de vidrio que puedas romper o sustancias adicionales, se repondrán una sola vez sin penalizarte, pero, las siguientes ocasiones perderás un punto.
- Te avisarán cuando te queden 30 minutos para terminar (Stop).
- Cuando te digan **Stop** debes dejar de trabajar de inmediato; si continúas trabajando más de un minuto, te pueden anular el examen.
- Después del **Stop**, **el supervisor del laboratorio** firmará tu hoja de respuestas.
- Cuando el supervisor y tú hayan firmado, coloca este examen en el sobre, junto con tu producto y las placas de cromatografía.

Reglas de seguridad

- Usa la bata y mantenla abotonada. Tus zapatos deben ser cerrados.
- Usa siempre tus lentes propios o los de seguridad. No uses lentes de contacto.
- No comer ni beber ni mascar chicle.
- Trabaja sólo en tu área designada.
- No puedes hacer otros experimentos ni modificar los propuestos.
- No pipetear con la boca; usar la propipeta.
- Limpia de inmediato si rompes algo o derramas algo en la mesa o en el piso.
- Todos los residuos debes colocarlos donde se indica. Disoluciones acuosas puedes tirarlas en la tarja. Los orgánicos en el recipiente señalado.

Constantes Físicas y ecuaciones.

En estos problemas se supone que todas las actividades de las especies acuosas se aproximan a sus respectivas concentraciones en mol L⁻¹. (recuerda que 1M equivale a 1 mol L⁻¹). Para simplificar, se omite la concentración estándar $c^\circ = 1 \text{ mol L}^{-1}$.

Avogadro's constant:

$$N_A = 6.022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Universal gas constant:

$$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Standard pressure:

$$p^\circ = 1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$$

Atmospheric pressure:

$$P_{\text{atm}} = 1 \text{ atm} = 1.013 \text{ bar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

Zero of the Celsius scale:

$$273.15 \text{ K}$$

Faraday constant:

$$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$$

Watt:

$$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$$

Kilowatt hour:

$$1 \text{ kWh} = 3.6 \cdot 10^6 \text{ J}$$

Planck constant:

$$h = 6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

Speed of light in vacuum:

$$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

Elementary charge:

$$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Electrical power:

$$P = \Delta E \times I$$

Power efficiency:

$$\eta = P_{\text{obtained}}/P_{\text{applied}}$$

Planck-Einstein relation:

$$E = hc/\lambda$$

Ideal gas equation:

$$pV = nRT$$

Gibbs free energy:

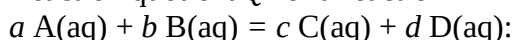
$$G = H - TS$$

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$$

$$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$$

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$$

Reaction quotient Q for a reaction



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

Henderson–Hasselbalch equation:

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

Nernst–Peterson equation:

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

where Q is the reaction quotient of the reduction half-reaction

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

Beer–Lambert law:

$$A = \epsilon l c$$

Rate laws in integrated form:

- Zero order:

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

- First order:

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

- Second order:

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

Half-life for a first order process:

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

Number average molar mass M_n :

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

Mass average molar mass M_w :

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

Polydispersity index I_p :

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

Recuerda:

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 -



Definition of GHS statements

The GHS hazard statements (H-phrases) associated with the materials used are indicated in the problems. Their meanings are as follows.

Physical hazards

H225 Highly flammable liquid and vapor.
H226 Flammable liquid and vapor.
H228 Flammable solid.
H271 May cause fire or explosion; strong oxidizer.
H272 May intensify fire; oxidizer.
H290 May be corrosive to metals.

Health hazards

H301 Toxic if swallowed.
H302 Harmful if swallowed.
H304 May be fatal if swallowed and enters airways.
H311 Toxic in contact with skin.
H312 Harmful in contact with skin.
H314 Causes severe skin burns and eye damage.
H315 Causes skin irritation.
H317 May cause an allergic skin reaction.
H318 Causes serious eye damage.
H319 Causes serious eye irritation.
H331 Toxic if inhaled.
H332 Harmful if inhaled.
H333 May be harmful if inhaled.
H334 May cause allergy or asthma symptoms or breathing difficulties if inhaled.
H335 May cause respiratory irritation.
H336 May cause drowsiness or dizziness.
H351 Suspected of causing cancer.
H361 Suspected of damaging fertility or the unborn child.
H371 May cause damage to organs.
H372 Causes damage to organs through prolonged or repeated exposure.
H373 May cause damage to organs through prolonged or repeated exposure.

Environmental hazards

H400 Very toxic to aquatic life.
H402 Harmful to aquatic life.
H410 Very toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H411 Toxic to aquatic life with long-lasting effects.
H412 Harmful to aquatic life with long-lasting effects.

Sustancias

Para todos los problemas

Chemicals (sustancias)	La etiqueta dice	GHS hazard statements
Agua deionizada en: Frasco lavador (mesa de trabajo) Botella de plástico (mesa de trabajo) Recipiente plástico (campana)	Deionized Water	Not hazardous
Etanol, en frasco lavador	Ethanol	H225, H319
300 mL de tu muestra de vino en botella plástica ambar.	Wine sample	H225, H319

Para problema P1

Chemicals (sustancias)	La etiqueta dice	GHS hazard statements
4-nitrobenzaldehyde, 1.51 g en vial de vidrio ambar.	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Eluyente A, 20 mL en vial de vidrio	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluyente B, 20 mL en vial de vidrio	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (potassium peroxomonosulfate salt), 7.87 g en botella plástica.	Oxone [®]	H314
Mezcla de 4-nitrobenzaldehyde Para cromatografía TLC	TLC standard	H317, H319

Para problema P2

Chemicals (sustancias)	La etiqueta dice:	GHS hazard statements
1 M potassium thiocyanate solución, 20 mL en botella plástica	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
0.00200 M potassium thiocyanate solución, 60 mL en botella plástica	KSCN 0.00200 M	Not hazardous
1 M perchloric acid solución, 10 mL en botella plástica	HClO ₄	H290, H315, H319
0.00200 M iron(III) solución, 80 mL en botella plástica	Fe(III) 0.00200 M	Not hazardous
0.000200 M iron(III) solución, 80 mL en botella plástica	Fe(III) 0.000200 M	Not hazardous
0.3% hydrogen peroxide solución, 3 mL en botella de vidrio ámbar,	H ₂ O ₂	Not hazardous

Para problema P3

Chemicals (sustancias)	La etiqueta dice	GHS hazard statements
0.01 M iodine solución, 200 mL en botella de vidrio ámbar.	I₂	H372
0.03 M sodium thiosulfate solución, 200 mL en botella plástica	Na₂S₂O₃	Not hazardous
1 M NaOH solución, 55 mL en botella plástica	NaOH	H290, H314
2.5 M sulfuric acid solución, 80 mL en botella plástica	H₂SO₄	H290, H315, H319
0.5 M potassium iodide solución, 25 mL en botella plástica	KI	H372
Potassium iodate, <i>unos</i> 100 mg (masa exacta escrita en el laboratorio), en vial de vidrio	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Solución de almidón, 25 mL en botella plástica	Starch	Not hazardous

Equipo para todos los problemas

equipo individual	Cantidad
Propipeta	1
Lentes de seguridad	1
1 L botella plástica para residuos orgánicos, con etiqueta “Organic waste”	1
Toallas de papel	15 hojas
Precision wipers (hojas limpiadoras para celdas)	30 hojas
espátula (grande)	1
espátula (pequeña)	1
Cronómetro	1
Lápiz	1
Borrador	1
Pluma tinta negra	1
Plumón marcador para vidrio	1
Regla	1

equipo compartido	Cantidad
UV lámpara para ver placa (TLC)	2 por laboratorio
Colorímetro	5 por laboratorio
Guantes	De cualquier tamaño, pedir al asistente.
Hielera	1 por laboratorio

Para problema P1

equipo individual	Cantidad
Soporte:	1
- Pinzas pequeñas	2
- Pinza grande	1
Erlenmeyer matraz con boca esmerilada, 100 mL	1
Erlenmeyer matraz con boca esmerilada, 50 mL	1
condensador para reflujo	1
parrilla de calentamiento	1
Cristalizador	1
barra magnética	1
Matraz kitasato	1
Embudo Büchner con adaptador de hule	1
Bolsa cerrable con 3 piezas de papel filtro.	1
caja de Petri. (tiene adentro los capilares)	1
Frasco con etiqueta “TLC elution chamber” para correr la muestra de placa de cromatografía.	1
Bolsa cerrable con tres placas de cromatografía (con indicador de fluorescencia), con etiqueta con tu código.	1
Capilares para poner puntos en la placa (en caja de Petri)	4
Pinzas de Plástico	1
Agitador de vidrio	1
Probeta, 25 mL	1
Vaso de precipitados, 150 mL	2
Embudo plástico	1

pipetas Beral	2
Vials de vidrio ámbar para la muestra de cromatografía, 1.5 mL, con tapa, etiquetas C y R	2
Vial de vidrio ámbar de, 10 mL, ya prepesado, con etiqueta de Student Code	1
Barra con imán para recuperar la barra magnética.	1

Para problema P2

equipo individual	Cantidad
pipeta volumétrica, 10 mL	1
pipeta graduada, 10 mL	3
Pipeta graduada, 5 mL	3
Gradilla para tubos de ensayo.	1
Tubos de ensayo	15
Tapones para tubos de ensayo	7
Celdas para colorímetro, 1.0 cm de paso de luz	2
Vasos de precipitado, 100 mL	2
pipetas Beral	15

Para problema P3

equipo individual	Cantidad
Soporte con pinza para bureta	1
Bureta, 25 mL	1
Embudo de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer, 100 mL	3
Matraz Erlenmeyer, 250 mL	3
Vaso de precipitado, 150 mL	1
Vaso de precipitado, 100 mL	2
Volumétrica flask, 100 mL, with stopper	1
Volumétrica pipeta, 50 mL	1
Volumétrica pipeta, 25 mL	1
Volumétrica pipeta, 20 mL	1
Probeta, 25 mL	1
Probeta, 10 mL	1
Probeta, 5 mL	1
pipeta Beral	3
Parafilm	20 piezas

Problema P1 13% DEL total	PREGUNTA	RENDIMIENTO	PUREZA	TLC	P1.1	P1.2	Total
	Points	12	12	8	2	3	37
	Score						

Problema P1. Oxidación verde del nitrobenzaldehído

En las últimas décadas, los químicos han intentado cambiar agentes dañinos en procesos de oxidación, para reducir el tratamiento de desechos tóxicos. En este problema, el peroxomonosulfato de potasio ha sido escogido como agente oxidante porque solo produce sales de sulfato que ni son tóxicas ni contaminantes. Acá se le proporciona como Oxone[®]. Adicionalmente, la reacción se realizará en una mezcla de agua y etanol ya que éstos están clasificados como solventes verdes.

Tu objetivo en este problema es realizar la oxidación del 4-nitrobenzaldehído, recrystalizar el producto, comparar eluyentes de Cromatografía de Capa Fina (TLC), y verificar la pureza del producto usando TLC

Nota: Los desechos de etanol deben ser vertidos en la botella de “Organic waste”.

Procedimiento

I. Oxidación del 4-nitrobenzaldehído

1. **Mezcla** 20 mL de agua y 5 mL de etanol.
2. **Inserta** la barra de agitación magnética en el Erlenmayer **esmerilado** de 100 mL.
3. **Transfiere** los 1.51 g, previamente pesados, de 4-nitrobenzaldehído en el Erlenmeyer. **Añade** toda la mezcla de agua/etanol. **Sostiene** con la pinza el Erlenmeyer al soporte universal. **Comienza** a agitar la mezcla, y luego **añade** los 7.87 g de Oxone[®], previamente pesados.
4. **Conecta** el condensador soltando suavemente la pinza grande y ajustando las uniones esmeriladas (vea la Figura 1). **Levanta** tu tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir la llave del agua y encender la plancha de calentamiento.
5. **Calienta** la mezcla de reacción con un reflujo suave (aprox. 1 gota por segundo) por 45 minutos. La marca en la parrilla corresponde a la potencia necesaria para obtener un reflujo suave.

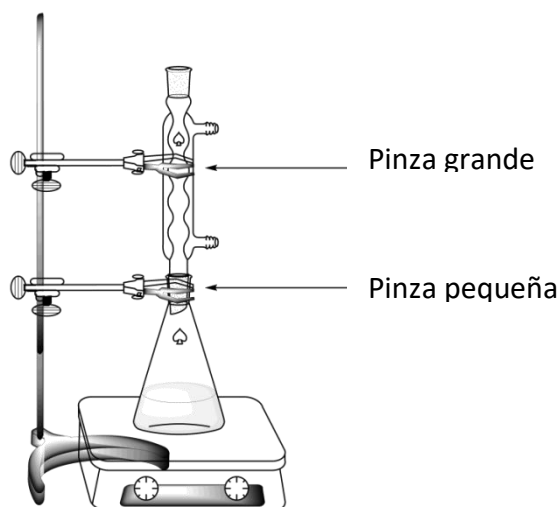


Figura 1. Montaje para calentar la mezcla de reacción bajo reflujo

6. Luego **apaga** la parrilla. **Remueve** la parrilla y **deja** enfriar la mezcla de reacción por 10 minutos. **Colócala** luego en el plato de cristalización previamente llenado con una mezcla de agua y hielo. **Déjela** reposar por 10 minutos.

7. **Monta** un aparato de filtración al vacío (vea la Figura 2) usando un Büchner, un papel de filtro, y un Kitasato que debe estar asegurado al soporte del laboratorio con una pinza pequeña. **Levanta** tu tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a mostrarte cómo conectar el Kitasato al vacío.

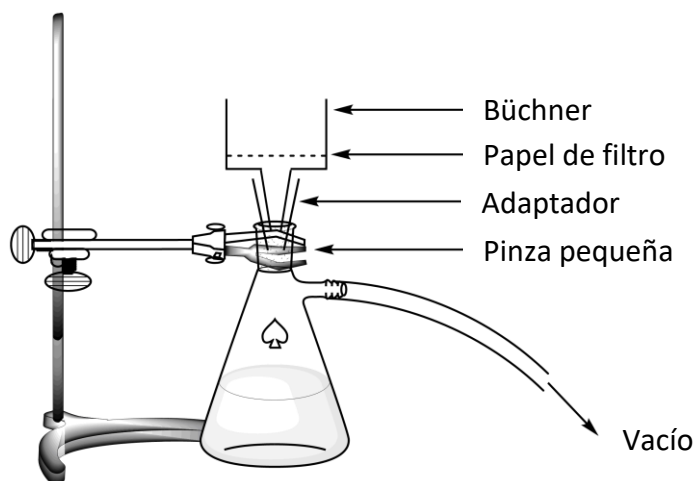


Figura 2. Montaje para la filtración al vacío

8. **Moja** el papel de filtro con agua y **asegúrate** de que cubre todos los agujeros del Büchner.
9. **Añade** la suspensión del producto crudo en el Büchner y aplique vacío. **Lava** extensamente el sólido con agua desionizada (por lo menos 4×20 mL).
10. **Deja** secar el precipitado por 5 minutos al vacío. **Desconecta** la fuente de vacío. **Usa** la espátula pequeña para transferir una cantidad mínima de producto en el vial de color ámbar de 1,5 mL, **etiquetado C**. **Cierra** el vial y **guárdalo** para la parte III.
11. **Transfiere** todo lo que queda del sólido en el Erlenmeyer esmerilado de 50 mL.
12. **Lava** tanto el Kitasato como el Büchner con etanol y agua. Recuerda **vertir** tanto el filtrado como los residuos de etanol del lavado en la botella “Organic Waste”.

II. Recristalización del producto

1. **Mezcla** 9 mL de agua con 21 mL de etanol.
2. **Realiza** la recristalización del producto impuro contenido en el Erlenmeyer esmerilado de 50 mL en el mismo montaje de reflujo (vea la Figura 1). **Levanta** tu tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir la llave de agua y encender la plancha de calentamiento. **Añade** la cantidad **mínima** de mezcla agua/etanol por la parte de arriba del condensador.
3. Una vez que el producto ha cristalizado, **usa** el mismo procedimiento descrito anteriormente (I.7-I.10) para aislar el producto purificado. **Utiliza** la espátula pequeña para transferir una cantidad

mínima de recristalizado en el vial de color ámbar de 1.5 mL, **etiquetado R**. **Cierre** un vial y **guárdalo** para la parte III.

4. **Transfiere** el sólido purificado en el vial, previamente pesado, y etiquetado con su Código de Estudiante. **Cierra/Tapa** el vial.

5. **Vierte** el filtrado en la botella “Organic waste” y **levanta** tu tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a cerrar la llave de agua.

III. Análisis de TLC

6. **Prepara la cámara de elución. Llène** la cámara de elución, etiquetada “TLC elution chamber”, con aprox. 0.5 cm de altura de eluyente A. Cúbralo con una cápsula de Petri. **Espere** que el eluyente sature la atmósfera de la cámara de elución.

7. **Prepara tus muestras.** Tienes una muestra de 4-nitrobenzaldehído en un vial de color ámbar etiquetado **TLC standard** (denotado como **S** en la TLC). Tienes también una pequeña muestra de tu producto impuro (vial **C**) y tu producto recristalizado (vial **R**) en otros dos viales de color ámbar. **Añade** aprox. 1 mL de etanol en cada uno de los viales para disolver sus muestras.

8. **Prepara la placa de TLF.** Usa un lápiz para **marcar** la línea de siembra (con cuidado, 1 cm por encima de la base de la placa), marca las posiciones donde se sembrarán las 3 muestras. **Etiqueta** las posiciones como **S** (reactivo de partida), **C** (producto impuro), y **R** (producto recristalizado) (vea la Figura 3). En la parte superior derecha de la placa, **escribe** el eluyente utilizado (primero **Eluyente A**, y luego **Eluyente B**). **Siembra** las tres muestras en las placas usando los capilares

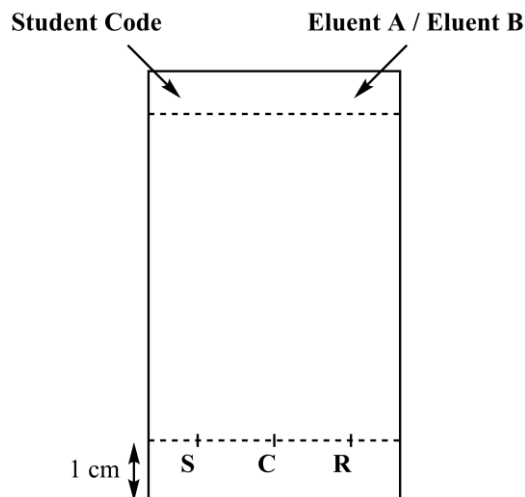


Figura 3. Preparación de una placa de TLC

9. **Realiza la TLC.** Utilizando las pinzas, **introduce** la placa de TLC en la cámara de elución “TLC elution chamber” y **cúbrela** con una cápsula de Petri. **Deja** eluir el solvente hasta la línea superior previamente marcada. **Utiliza** las pinzas para **retirar** la placa.

10. **Visualiza la TLC. Coloca** la placa de TLC bajo la lámpara UV localizada en la campana de uso común. Con un lápiz, **encierra** en un círculo todas las marcas visibles.

11. **Vierte el eluyente en la botella “Organic waste”.**

12. **Repite** el procedimiento (I.1-I.6) con el eluyente B.
13. **Coloca** tus placas en la bolsa etiquetada con su Código de Estudiante.

Resultados de tu análisis de TLC (**completa** los esquemas con tus resultados). Puedes usar los siguientes esquemas para dibujar tus placas de TLC y ayudarte a responder las siguientes preguntas. Los esquemas no serán evaluados.

Eluent A	Eluent B
S C R	S C R

Al final del examen, tu supervisor del laboratorio vendrá a buscar lo siguiente:

- Vial de vidrio etiquetado con tu **Student Code/Código de Estudiante** con tu producto recrystalizado.
- Placas de TLC eluidas en A y B y guardadas en la bolsa etiquetada con tu **Student Code/Código de Estudiante**.

Submitted items		
Recrystallized product	☐	
TLC plate A	☐	
TLC plate B	☐	
Signatures Estudiante Lab Supervisor		

Preguntas

14. **Propon** una estructura del producto final de la reacción del 4-nitrobenzaldehído con el Oxone[®].

15. Basado en tus resultados de la TLC, **responde** las siguientes preguntas.

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

☐ **A** ☐ **B**

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

☐ **Verdadero** ☐ **Falso**

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

☐ **Verdadero** ☐ **Falso**

Problema P2 14% of total	Pregunta	Calibración	Determinación de Hierro	P2.1	P2.2	P2.3	Determinación de la estequiometría	P2.4	P2.5	Total
	Puntos	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Puntaje									

Problema P2. La edad del hierro del vino.

El hierro es un elemento que puede encontrarse naturalmente en el vino. Cuando su concentración excede de 10 a 15 mg por litro, la oxidación de Fe(II) a Fe(III) puede conducir a una pérdida de calidad, por la formación de precipitados. Por ello es necesario determinar el contenido de hierro en el vino durante su producción.

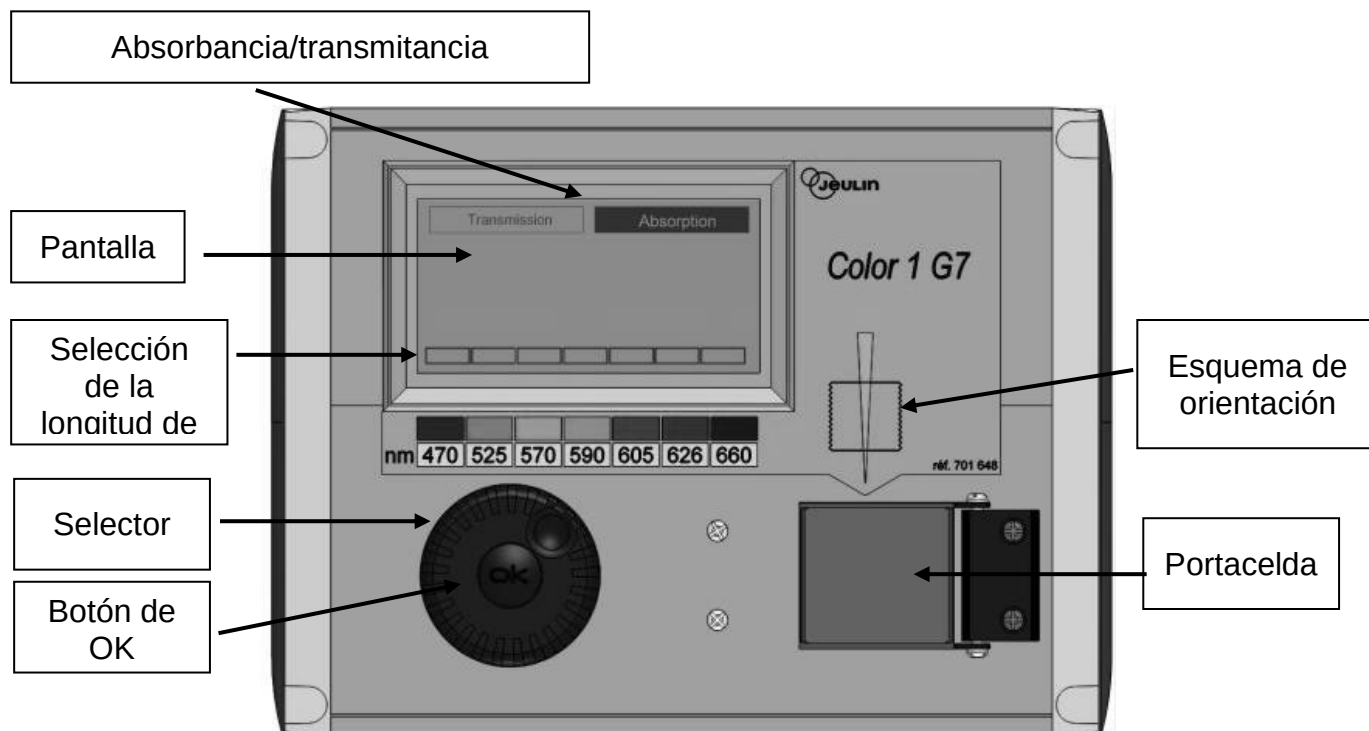
Debido a las muy bajas concentraciones de las especies de hierro, para cuantificar su contenido se emplean medidas espectrofotométricas del complejo coloreado formado entre el hierro(III) con el tiocianato SCN^- como ligante.

Tu tarea es determinar la concentración total de hierro en la muestra de vino blanco proporcionada, utilizando la espectrofotometría y determinar la estequiometría del complejo Tiocianato-Hierro(III).

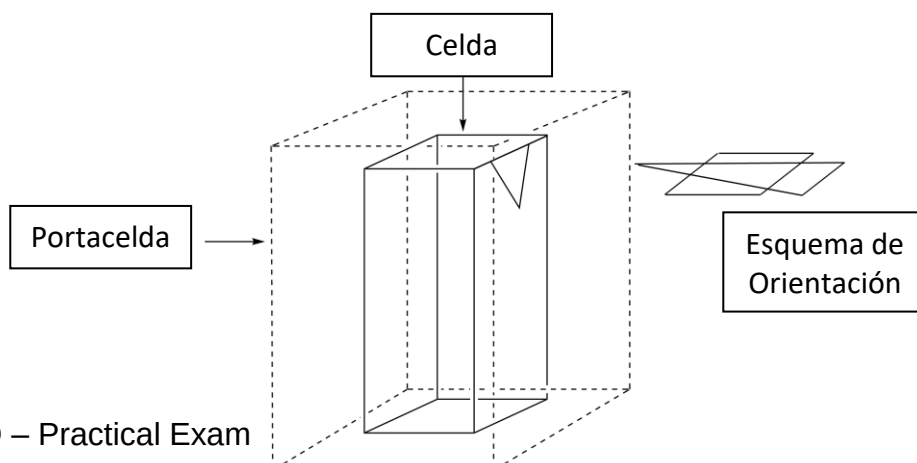
PRECAUCIÓN

- En esta tarea se te proveerá de dos disoluciones de hierro(III) y de dos de tiocianato de potasio de diferentes concentraciones. Ten cuidado para no confundirlas.
- Cuando tus disoluciones estén listas para las mediciones espectrofotométricas, registra la absorbancia de ellas pero no te tardes más de una hora después de haber agregado el tiocianato.
- Cuando necesites el colorímetro, levanta la tarjeta que dice HELP. Un asistente de laboratorio te dará un colorímetro etiquetado. Tendrás el uso exclusivo de este colorímetro durante 15 minutos. El asistente de laboratorio lo tomará nuevamente cuando hayas terminado o cuando hayan pasado los 15 minutos. Si no hay un colorímetro disponible en el momento preciso en que lo solicites, te agregarán a una lista de espera.
- Las instrucciones para el uso del colorímetro se presentan en la siguiente página.
- Puedes solicitar el colorímetro máximo tres veces para este problema.

Instrucciones para el uso del colorímetro



- Conecta y enciende el colorímetro.
- Confirma que el término “Absorbance” está iluminado. Si no es así, mueve el selector hasta que aparezca una línea punteada alrededor de la palabra “Absorbance” y presiona entonces el botón de OK.
- Mueve el selector hasta que aparezca una línea punteada alrededor de la longitud de onda deseada (470 nm) y presiona entonces el botón de OK.
- Coloca en el portacelda, la celda con aproximadamente 3 cm de altura con la solución del blanco. Ten cuidado en elegir la orientación correcta (mira el esquema de orientación en el colorímetro; el haz está en la dirección de la flecha amarilla, como se muestra en la figura), entonces empuja la celda hasta su posición final. Cierra el portacelda.
- Mueve el selector hasta que aparezca una línea punteada alrededor de la palabra “Absorbance” y presiona entonces el botón de OK. Mueve el selector hasta que se ilumine la palabra “Calibration” y presiona entonces el botón de OK.
- Espera hasta que en la pantalla se lea 0.00 (o bien -0.00).
- Coloca la celda con aproximadamente 3 cm de altura con la solución por analizar. Cierra la tapa del portacelda.
- Lee el valor de absorbancia.



I. Determinación del contenido de hierro en el vino

En esta parte necesitarás la disolución 0.000200 M de hierro(III) y la 1 M de la de tiocianato de potasio.

Procedimiento

1. **Prepara** 6 tubos agregando a cada tubo los volúmenes requeridos de las disoluciones que se te proporcionan, como se describe en la tabla que sigue.

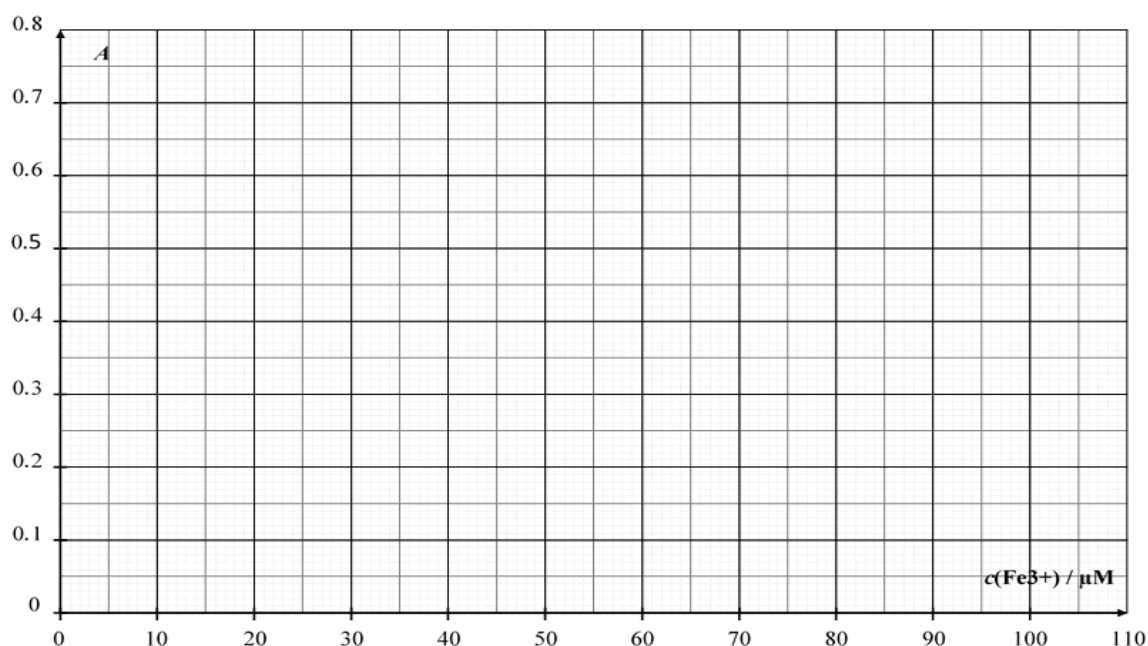
Tubo #	1	2	3	4	5	6
Disolución 0.000200 M de hierro(III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Disolución 1 M de ácido perclórico	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Vino					10.0 mL	10.0 mL
Disolución de peróxido de Hidrógeno					0.5 mL	0.5 mL
Agua desionizada	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. Pon los **tapones** a los tubos y **homogeniza**.
3. **Agrega** 1.0 mL de la disolución 1 M de tiocianato de potasio en los tubos **1, 2 3, 4 y 5**. No agregues en el tubo **6**. Pon los **tapones** a los tubos y **homogeniza**.
4. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta y muestra** tu tarjeta de HELP para que el asistente de laboratorio te proporcione un colorímetro.
5. **Prepara** el colorímetro usando el procedimiento descrito previamente (ver la página 16) . **Coloca** la longitud de onda en 470 nm. **Emplea** agua desionizada para el blanco.
6. **Registra** la absorbancia de cada tubo (**1 a 6**) a esta longitud de onda. **Registra** los resultados en la tabla siguiente. **Levanta y muestra** tu tarjeta de HELP para regresar al colorímetro.

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

Preguntas

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



- A continuación, vuelve a escribir en los cuadros los datos que has considerado para tu curva de calibración.

Tubo #	1	2	3	4
Valores de absorbancia empleados para la curva de calibración				

2. Utiliza la gráfica previa y los datos que elegiste y **dibuja** la línea de calibración en la gráfica previa; determina la concentración analítica de Fe^{3+} (en $\mu\text{mol L}^{-1}$) en el **tubo 5**.

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

Si acaso no calculas la concentración de hierro(III), $c(\text{Fe}^{3+})$, puedes entonces utilizar el valor de $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ en lo que sigue del problema.

3. **Calcula** la concentración en masa, en mg por litro, del hierro en el vino blanco analizado.

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

II. Determinación de la estequiometría del complejo

En esta parte, necesitarás emplear la disolución 0.00200 M de hierro(III) y la 0.00200 M de tiocianato de potasio.

Procedimiento

En la parte I de este problema, se ha aprovechado el color del complejo de hierro(III)-tiocianato para determinar la concentración de hierro en la muestra de vino. En la parte II de este problema se busca determinar la estequiometría del complejo $[\text{Fe}_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$ (sin mostrar las aguas de coordinación) donde a y b son números enteros menores a 3.

Para esta parte, se proveen las siguientes disoluciones acuosas:

- 0.00200 M de hierro(III) (ya acidificado) (80 mL)
- 0.00200 M de tiocianato de potasio (80 mL)

También tienes en tu lugar de trabajo tubos de ensayo (con tapones que puedes lavar y secar), pipetas graduadas, una celda de espectrofotometría, un colorímetro (previa solicitud) y otros materiales de laboratorio que te puedan ser útiles

1. **Llena** las primeras tres líneas de la siguiente tabla con los valores de volúmenes que utilizarás para determinar la estequiometría del complejo por mediciones espectrofotométricas. No tienes que llenar todas las columnas.. **Calcula** la fracción molar de hierro (III) en cada tubo usando la fórmula:

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

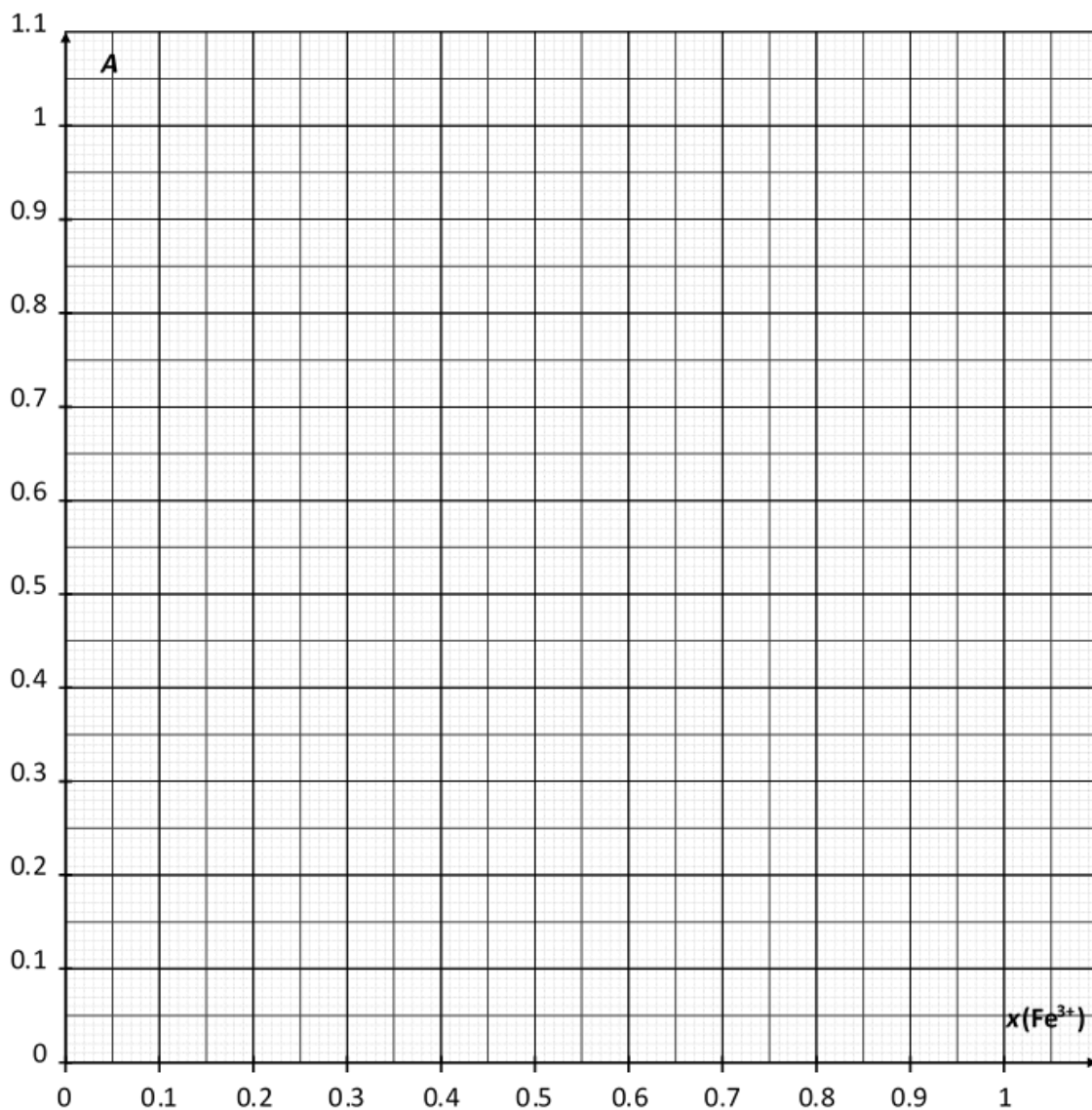
Tubo #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen de hierro(III) 0.00200 M) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen de tiocianato de potasio 0.00200 M $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Fracción Molar de hierro (III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbancia (a 470 nm)									
Código del Colorímetro									

2. **Prepara** los tubos. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta y muestra** tu tarjeta de HELP para que el asistente de laboratorio te proporcione un colorímetro.
3. **Prepara** el colorímetro usando el procedimiento descrito previamente (ver la página 16) .**Coloca** la longitud de onda en 470 nm. **Emplea** agua desionizada para el blanco.

4. **Registra** la absorbancia de cada tubo a esta longitud de onda. **Registra** los resultados en la tabla siguiente.

Preguntas

4. Grafica la absorbancia A de los tubos en función de la fracción molar de hierro (III) $x(\text{Fe}^{3+})$



5. Basado en los resultados de los experimentos que realizaste, **determina** la estequiometría del complejo $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

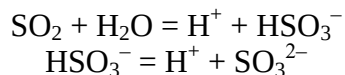
$a =$ _____

$b =$ _____

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

1.- 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.

2.- **Prepara** 100 mL de una solución de yodato de potasio usando matraz volumétrico de 100 mL, empleando toda la muestra de yodato de potasio que se te entregó y agua desionizada. Esta es la solución S.

3.- 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.

4.- **Agita** manualmente el matraz Erlenmeyer, **cúbrelo** con una hoja de Parafilm y **déjalo** reposar en la mesa de trabajo por lo menos por cinco minutos.

5.- **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, **añade** 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 .

6.- **Repite** el procedimiento (pasos 3-5) las veces que consideres necesario.

Masa exacta de yodato de potasio (valor escrito en la etiqueta)	
Análisis n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Valor de V_1 / mL	

II. Estandarización de la solución de yodo

- 1.- Con una pipeta volumétrica, **transfiere** 25 mL de la solución de yodo I_2 a un matraz Erlenmeyer de 100 mL.
- 2.- **Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer con la solución de tiosulfato de sodio. Cuando la solución se torne de color amarillo pálido, **añade** 10 gotas de la solución de almidón (starch) y **continúe titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen usado como volumen V_2 .
- 3.- **Repite** el procedimiento (pasos 1-2) las veces que consideres necesario.

Análisis n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Valor de V_2 / 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 (pipeta beral).
- 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.

$$c(I_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol L}^{-1}$$

Si no pudiste calcular la $c(I_2)$, puedes usar como valor $c(I_2) = 0.00700 \text{ mol L}^{-1}$ 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.- **Calcula** la concentración total, en mg por litro, de dióxido de azufre en la muestra de vino. La masa molar del dióxido de azufre es $M(SO_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

$$c(SO_2) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg L}^{-1}$$

PENALIZACIONES

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

MUCHAS FELICIDADES, YA TERMINASTE ESTE EXAMEN