

EXAMEN PRÁCTICO



¡Haciendo 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 cuadernillo práctico contiene 27 páginas.
- Antes de comenzar se dará la orden **Read**. Dispones de 15 minutos para leer el cuadernillo del examen. Durante ese tiempo sólo podrás **leer; no escribas ni uses la calculadora en ese tiempo**.
- Puedes comenzar a trabajar apenas se dé la orden **Start**. Dispondrás de **5 horas** a partir de ese momento para completar el examen.
- Puedes comenzar en cualquier orden, pero, **se recomienda comenzar por el problema P1**.
- Todos los resultados y respuestas deben estar escritos claramente **con lapicera en las áreas designadas** para tal fin. Las respuestas escritas fuera de los cuadros no serán evaluadas.
- Si necesitas papel borrador puedes utilizar la parte de atrás de las hojas del examen. Recuerda que **nada de lo que esté escrito fuera de los cuadros designados será evaluado**.
- El cuadernillo de examen en el idioma oficial (inglés) se encuentra disponible a pedido solamente con el propósito de esclarecer si lo consideras necesario.
- Si necesitas salir del laboratorio (para usar el baño, tomar agua o comer algo) levanta la tarjeta apropiada. Un asistente de laboratorio vendrá a acompañarte.
- Si tu mesada tiene estantes superiores, éstos no deben ser utilizados durante la prueba para que todos los participantes tengan iguales condiciones.
- Debes **seguir las reglas de seguridad** dadas en la regulación de la IChO. Si rompes cualquier regla de seguridad se te dará una única advertencia. La violación de una segunda regla de seguridad resultará en que te retiren del laboratorio y anulen tu examen práctico.
- Los reactivos y material de laboratorio, salvo que se indique expresamente, se repondrán sin penalización tras el primer incidente. Cada incidente posterior resultará en la resta de 1 punto de los 40 del examen práctico.
- El supervisor del laboratorio avisará 30 minutos antes de terminar la prueba (se dará la orden **Stop** al finalizar).
- Debes parar de trabajar inmediatamente cuando se diga **Stop**. No dejar de trabajar durante el primer minuto luego de expresada la orden Stop resultará en la anulación de tu examen práctico.
- Luego de dada la orden **Stop**, el supervisor del laboratorio vendrá a firmar tu hoja de respuestas.
- Luego de que tanto tú como el supervisor del laboratorio hayan firmado el cuadernillo de examen, coloca el mismo en el sobre y entrégalo para ser evaluado junto con tu producto y las placas de cromatografía de capa delgada (CCD) usadas.

Reglas de laboratorio y seguridad

- Debes mantener tu guardapolvos totalmente cerrado. El calzado debe cubrir completamente el pie y el talón.
- Siempre utiliza los anteojos de seguridad o anteojos recetados cuando trabajes en el laboratorio. No uses lentes de contacto.
- No bebas ni comas en el laboratorio. La goma de mascar no está permitida.
- Trabaja solamente en el área designada. Mantiene tanto tu área de trabajo como las comunes ordenadas y limpias.
- No se permite realizar experimentos no autorizados ni realizar modificaciones en los experimentos propuestos.
- No pipetees con la boca. Siempre usa la propipeta proporcionada.
- Limpia cualquier derrame y vidrio roto en la mesada o suelo inmediatamente.
- Todos los residuos deben ser descartados adecuadamente para prevenir contaminación o lesiones. Las soluciones acuosas pueden ser descartadas por pileta. Los residuos orgánicos deben ser descartados en el recipiente rotulado como “Organic waste”.

Constantes físicas y ecuaciones

En estas pruebas asumimos que las actividades de todas las especies acuosas se pueden aproximar a través de su respectiva concentración en mol L⁻¹. Para simplificar 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 los gases:	$R = 8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
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 Faraday:	$F = 9.649 \cdot 10^4 \text{ C mol}^{-1}$
Watt:	$1 \text{ W} = 1 \text{ J s}^{-1}$
Kilowatt 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 el vacío:	$c = 2.998 \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$
Carga de la partícula elemental:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Potencia eléctrica:	$P = \Delta E \times I$
Eficiencia de potencia:	$\eta = P_{\text{obtained}}/P_{\text{applied}}$
Relación de Planck-Einstein:	$E = hc/\lambda$
Ecuación de los gases ideales:	$pV = nRT$
Energía libre de Gibbs:	$G = H - TS$

Cociente de reacción, Q , para la reacción
 $a \text{ A(ac)} + b \text{ B(ac)} = c \text{ C(ac)} + d \text{ D(ac)}$:

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

Ecuación de Henderson–Hasselbalch:

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

Ecuación de Nernst–Peterson:

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

cuando Q es el cociente de reacción de la semi-reacción de reducción

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

Ley de Beer–Lambert :

$$A = \epsilon l c$$

Expresiones de la ley de velocidad integrada para:

- Orden cero:

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

- Orden uno:

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

- Orden dos:

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

Tiempo de vida-media para procesos de primer orden:

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

Masa molar en número promedio M_n :

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

Masa molar en masa promedio M_w :

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

Índice de dispersión I_p :

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

Nota

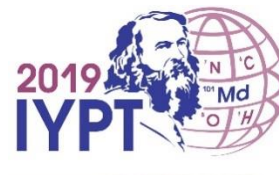
La unidad de la concentración molar utilizada es “M” o “mol L⁻¹”:

$$1 \text{ M} = 1 \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1} \quad 1 \text{ }\mu\text{M} = 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$$

Tabla periódica

1																	18	
1 H 1.008	2											13	14	15	16	17	2 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 -



Declaraciones de peligro SGA

Las declaraciones de peligro SGA (frases H) asociadas a los materiales utilizados se indican en los problemas. Los significados siguen a continuación.

Riesgos físicos

H225 Líquido y vapores muy inflamables.
H226 Líquido y vapores inflamables.
H228 Sólido inflamable.
H271 Puede provocar un incendio o una explosión; muy comburente.
H272 Puede agravar un incendio; comburente.
H290 Puede ser corrosiva para los metales.

Peligro para la salud

H301 Tóxico en caso de ingestión.
H302 Nocivo en caso de ingestión.
H304 Puede ser mortal en caso de ingestión y de penetración en las vías respiratorias.
H311 Tóxico en contacto con la piel.
H312 Nocivo en contacto con la piel.
H314 Provoca graves quemaduras en la piel y lesiones oculares.
H315 Provoca irritación cutánea.
H317 Puede provocar una reacción cutánea alérgica.
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 irritar las vías respiratorias.
H336 Puede provocar somnolencia o vértigo.
H351 Susceptible de provocar cáncer.
H361 Susceptible de perjudicar la fertilidad o dañar al feto.
H371 Puede provocar daños en los órganos.
H372 Provoca daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetida.
H373 Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.

Peligro para el medio ambiente

H400 Muy tóxico para los organismos acuáticos.
H402 Nocivo para los organismos acuáticos.
H410 Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
H411 Tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
H412 Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.

Reactivos**Para todos los problemas**

Reactivo	Etiqueta	Declaraciones de peligro SGA
Agua destilada en: - Piseta (mesada) - Botella plástica (mesada) - Recipiente plástico (campana)	Deionized Water	No peligroso
Etanol, en piseta	Ethanol	H225, H319
Muestra de vino blanco, 300 mL en botella de plástico ámbar	Wine sample	H225, H319

Para el problema P1

Reactivos	Etiqueta	Declaraciones de peligro SGA
4-nitrobenzaldehído, 1.51 g en frasco de vidrio color caramelo	4-nitrobenzaldehyde	H317, H319
Fase móvil A, 20 mL en frasco de vidrio	Eluent A	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Fase móvil B, 20 mL en frasco de vidrio	Eluent B	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone [®] (sal de peroxomonosulfato de potasio), 7.87 g en frasco de plástico	Oxone[®]	H314
Muestra de 4-nitrobenzaldehído para CCD	TLC standard	H317, H319

Para el problema P2

Reactivos	Etiqueta	Declaraciones de peligro SGA
Solución 1 M de tiocianato de potasio, 20 mL en frasco de plástico	KSCN 1 M	H302+H312+H332, H412
Solución 0.00200 M de tiocianato de potasio, 60 mL en frasco de plástico	KSCN 0.00200 M	No peligroso
Solución 1 M de ácido perclórico, 10 mL en frasco de plástico	HClO₄	H290, H315, H319
Solución 0.00200 M de hierro(III), 80 mL en frasco de plástico	Fe(III) 0.00200 M	No peligroso
Solución 0.000200 M de hierro (III), 80 mL en frasco de plástico	Fe(III) 0.000200 M	No peligroso
Solución 0.3% en peróxido de hidrógeno, 3 mL en frasco de vidrio color caramelo	H₂O₂	No peligroso

Para el problema P3

Reactivos	Etiqueta	Declaraciones de peligro SGA
Solución 0.01 M de iodo, 200 mL en frasco de vidrio color caramelo	I₂	H372
Solución 0.03 M de tiosulfato de sodio, 200 mL en frasco de plástico	Na₂S₂O₃	No peligroso
Solución 1 M de NaOH, 55 mL en frasco de plástico	NaOH	H290, H314
Solución 2.5 M de ácido sulfúrico, 80 mL en frasco de plástico	H₂SO₄	H290, H315, H319
Solución 0.5 M de yoduro de potasio, 25 mL en frasco de plástico	KI	H372
Iodato de potasio, aprox. 100 mg (masa exacta escrita en la etiqueta), en frasco de vidrio	KIO₃	H272, H315, H319, H335
Solución de almidón, 25 mL en frasco de plástico	Starch	No peligroso

Material
Para todos los experimentos

Material individual	Cantidad
Propipeta	1
Anteojos de seguridad	1
Botella de plástico de 1 L para residuos orgánicos rotulada como “ Organic waste ”	1
Servilletas de papel	15 hojas
Papel de precisión para limpieza	30 hojas
Espátula (grande)	1
Espátula (pequeña)	1
Cronómetro	1
Lápiz	1
Goma	1
Lapicera negra	1
Marcador permanente para vidrio	1
Regla	1

Materiales compartidos	Cantidad
Lámpara UV para visualización de CCD	2 por laboratorio
Colorímetro	5 por laboratorio
Guantes	Disponibles en todos los tamaños (S, M, L, XL) a pedido a un asistente de laboratorio
Contenedor de hielo	1 por laboratorio

Para el problema P1

Material individual	Cantidad
Pie metálico de laboratorio con:	1
- Agarradera pequeña	2
- Agarradera grande	1
Erlenmeyer con boca esmerilada, 100 mL	1
Erlenmeyer con boca esmerilada, 50 mL	1
Refrigerante para reflujo	1
Manta calefactora	1
Cristalizador	1
Barra magnética para agitación	1
Kitasato	1
Embudo Büchner con adaptador de goma	1
Bolsa cerrada con 3 papeles de filtro	1
Placa de Petri	1
Cuba cromatográfica para CCD, etiquetada “ TLC elution chamber ”	1
Bolsa cerrada con 3 placas de CCD (impregnada con indicador fluorescente), etiquetadas con el Código del Estudiante	1
Capilares de vidrio para siembra de CCD (dentro de la placa de Petri)	4
Pinza de plástico	1
Varilla de vidrio	1
Probeta, 25 mL	1

Vaso de precipitados, 150 mL	2
Embudo plástico para sólido	1
Pipeta Pasteur de plástico	2
Frasco de vidrio caramelo de 1.5 mL con tapón para muestra de CCD, rotulado C y R	2
Frasco de vidrio pre-pesado de 10 mL con tapón, rotulado con el Código de estudiante	1
Pescador para recuperar la barra magnética	1

Para el problema P2

Material individual	Cantidad
Pipeta aforada, 10 mL	1
Pipeta graduada, 10 mL	3
Pipeta graduada, 5 mL	3
Gradilla	1
Tubos de ensayo	15
Tapón para tubo de ensayo	7
Cubeta para colorímetro, camino óptico 1.0 cm	2
Vaso de precipitados, 100 mL	2
Pipeta Pasteur de plástico	15

Para el problema P3

Material individual	Cantidad
Pie metálico con bureta y agarradera de bureta	1
Bureta, 25 mL	1
Embudo de vidrio para transferencia	1
Erlenmeyer, 100 mL	3
Erlenmeyer, 250 mL	3
Vaso de precipitados, 150 mL	1
Vaso de precipitados, 100 mL	2
Matraz aforado con tapón, 100 mL	1
Pipeta aforada, 50 mL	1
Pipeta aforada, 25 mL	1
Pipeta aforada, 20 mL	1
Probeta, 25 mL	1
Probeta, 10 mL	1
Probeta, 5 mL	1
Pipeta Pasteur	3
Parafilm	20 hojas

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

Problema P1. Oxidación de nitrobenzaldeído por química verde

En las últimas décadas, los químicos han tratado de reemplazar los reactivos nocivos utilizados en los procesos de oxidación para reducir el tratamiento de residuos peligrosos. En este problema, se eligió como agente oxidante el peroxomonosulfato de potasio (en este caso Oxone[®]), ya que sólo produce sales de sulfato que no son tóxicas ni contaminantes.

Además, la reacción se lleva a cabo en una mezcla de agua y etanol, ambos considerados como *green solvents*.

Tu objetivo es realizar la oxidación de 4-nitrobenzaldeído, recrystalizar el producto obtenido, comparar fases móviles y analizar la pureza del producto utilizando CCD.

Nota: Descartar el etanol y las fases móviles en la botella rotulada como “Organic waste”.

Procedimiento

I. Oxidación de 4-nitrobenzaldeído

1. **Mezcla** 20 mL de agua y 5 mL de etanol.
2. **Coloca** la barra magnética en el Erlenmeyer con **boca esmerilada** de 100 mL.
3. **Transfiere** el 4-nitrobenzaldeído (1.51 g, ya pesado) al Erlenmeyer. **Agrega** toda la mezcla de agua/etanol preparada previamente. **Sujeta** el Erlenmeyer al pie metálico con la agarradera. **Comienza con la agitación** de la mezcla y luego **agrega** los 7.87 g de Oxone[®] (ya pesados).
4. **Conecta** el refrigerante abriendo la agarradera grande y desplazándolo (ver Figura 1), asegúrate que los esmeriles queden ajustados. **Levanta** tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá para abrir el agua y prender la manta calefactora.
5. **Calienta** la mezcla de reacción con un reflujo suave (debe caer 1 gota por segundo aproximadamente) por 45 minutos. La marca dibujada en la manta calefactora corresponde a la potencia necesaria para obtener un reflujo suave.

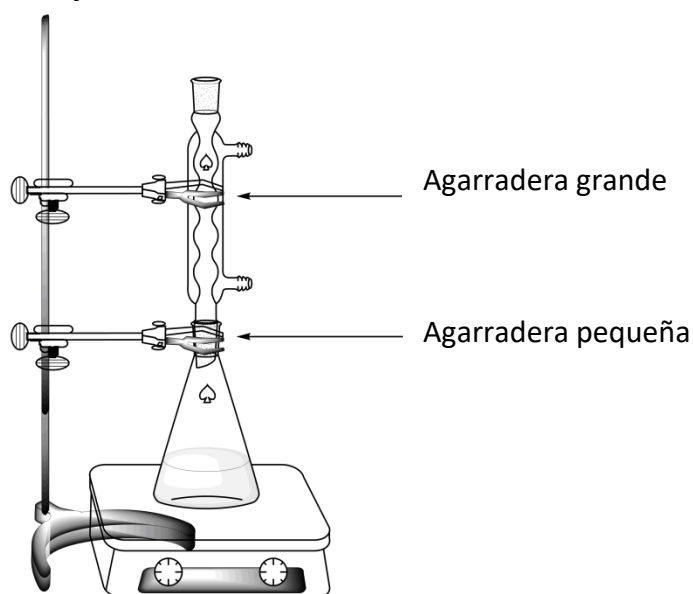


Figura 1. Equipo para calentar la mezcla de reacción a reflujo

6. Luego **apaga** la manta calefactora. **Quita** la manta y **deja** enfriar la mezcla de reacción durante 10 minutos. **Coloca** el Erlenmeyer en un baño de hielo-agua utilizando el cristizador. **Déjalo** reposar por otros 10 minutos.

7. **Arma** el equipo de filtración al vacío (ver Figura 2) utilizando el embudo Büchner, un papel de filtro y un Kitasato, que debe estar asegurado al pie metálico con la agarradera. **Levanta** tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a mostrarte cómo conectar el Kitasato al vacío.

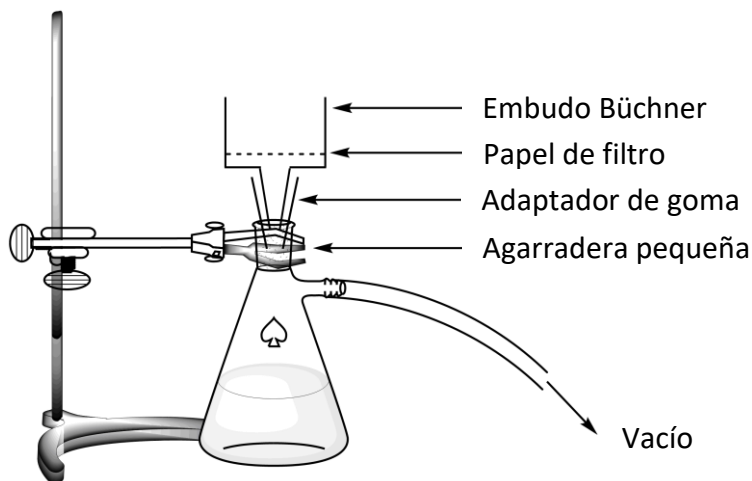


Figura 2. Equipo para filtrar al vacío

8. **Moja** el papel de filtro con agua y **asegúrate** que cubra todos los agujeros del Büchner.

9. **Filtra** la suspensión del producto crudo en el embudo Büchner al vacío. **Lava** el sólido exhaustivamente con agua destilada (al menos 4×20 mL).

10. **Deja** el vacío conectado por 5 minutos para pre-secar el producto. **Desconecta** el vacío. **Utiliza** la espátula pequeña para transferir una punta de espátula del producto al frasco de vidrio color caramelo de 1.5 mL **rotulado como C**. **Cierra** el frasco y **guárdalo** para la parte III.

11. **Transfiere** todo el resto del sólido al Erlenmeyer con boca esmerilada de 50 mL.

12. **Descarta** el filtrado en la botella rotulada como “Organic waste” y **lava** el Kitasato y el Büchner con etanol y agua. **Utiliza** la botella rotulada como “Organic waste” para descartar el etanol.

II. Recristalización del producto

1. **Mezcla** 9 mL de agua y 21 mL de etanol.

2. **Realiza** la recristalización del producto crudo, que se encuentra en el Erlenmeyer con boca esmerilada de 50 mL, con la cantidad apropiada de la mezcla agua/etanol preparada en el punto 1, utilizando el mismo equipo de reflujo que en la parte anterior (ver Figura 1). **Levanta** tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá para abrir el agua y prender la manta calefactora. **Agrega** la cantidad apropiada de solvente por arriba del refrigerante.

3. Una vez cristalizado el producto, **utiliza** el mismo procedimiento descrito anteriormente (I.7 a I-10) para obtener el sólido. **Utiliza** la espátula pequeña para transferir una punta de espátula del producto al frasco de vidrio color caramelo de 1.5 mL **rotulado como R**. **Cierra** el frasco y **guárdalo** para la parte III.

4. **Transfiere** el sólido purificado al frasco rotulado con tu Código de Estudiante (este frasco ya fue pesado). **Cierra** el frasco.
5. **Descarta** el filtrado en la botella rotulada como “Organic waste” y **levanta** tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a cerrar el agua del refrigerante.

III. Análisis por CCD

1. **Prepara la cuba cromatográfica.** **Agrega** la fase móvil A (eluent A) en la cuba hasta alcanzar una altura de aprox. 0.5 cm. Tapa la cuba con la placa de Petri (tapa). **Espera** que la cuba se sature con la fase móvil.
2. **Prepara tus muestras.** Tienes una muestra de 4-nitrobenzaldehído en un frasco de vidrio color caramelo rotulado como **TLC standar** (referido como **S** en la CCD). También tienes una muestra de tu producto crudo (frasco **C**) y del producto recrystalizado (frasco **R**) en los dos frascos color caramelo que guardaste antes. **Agrega** aprox. 1 mL de etanol a cada frasco para disolver las muestras.
3. **Prepara la placa de CCD.** Utiliza un lápiz para **dibujar** cuidadosamente la línea de siembra (a 1 cm de la parte de abajo de la placa) y **marca** las posiciones para sembrar las 3 muestras. **Rotúlalas** como **S** (material de partida), **C** (producto crudo) y **R** (producto recrystalizado), como se muestra en la Figura 3. En el margen superior izquierdo de la placa, **escribe** tu **Código de Estudiante**. En el margen superior derecho, **escribe** la fase móvil utilizada (**A** o **B** según corresponda). **Siembra** las tres muestras en la placa, utilizando los capilares.

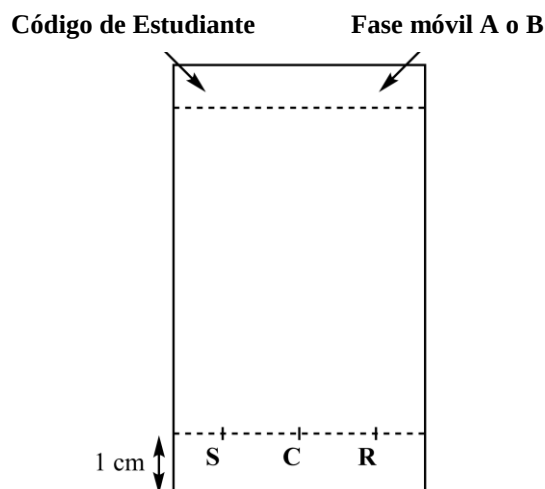


Figura 3. Preparación de la placa de CCD

4. **Realiza la CCD.** Utilizando la pinza de plástico, **coloca** la placa de CCD en la cuba cromatográfica y **tápala** con la placa de Petri (tapa). **Desarrolla** la placa hasta **llegar** a aprox. 1 cm de la parte de arriba de la misma. **Retira** la placa utilizando la pinza, marca el frente del solvente con el lápiz y déjala secar al aire.
5. **Revelado de la CCD.** **Coloca** la placa de CCD bajo la lámpara UV ubicada en una mesada compartida. **Marca con círculo** todas las manchas visibles con el lápiz.
6. **Descarta la fase móvil en la botella rotulada como “Organic waste”.**
7. **Repite** los pasos 1, 3, 4, 5 y 6 con la fase móvil B (eluent B).
8. **Guarda** tus placas en la bolsita transparente con tu Código de Estudiante.

Resultados del análisis por CCD (**completa** los esquemas con tus resultados). Puedes utilizar estos dibujos para realizar un esquema de tus placas de CCD que te ayudarán a responder las preguntas que siguen. Los esquemas no serán calificados.

Fase móvil A	Fase móvil B
S C R	S C R

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

- Frasco de vidrio rotulado con tu **Código de Estudiante** que contiene el producto recristalizado;
- Placas de CCD A y B guardadas en la bolsita transparente rotulada con tu **Código de Estudiante**.

Ítems presentados	
Producto recristalizado	☐
Placa de CCD A	☐
Placa de CCD B	☐
Firmas Estudiante Supervisor de laboratorio	

Preguntas

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

2. Basado en los resultados del análisis de CCD, **responde** las siguientes preguntas.

- ¿Qué fase móvil es mejor para seguir el avance 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 14% del total	Preguntas	Calibración	Determinación de hierro	P2.1	P2.2	P2.3	Determinación estequiometría	P2.4	P2.5	Total
	Puntos	10	6	3	4	3	9	3	2	40
	Calificación									

Problema P2. La edad de hierro del vino

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

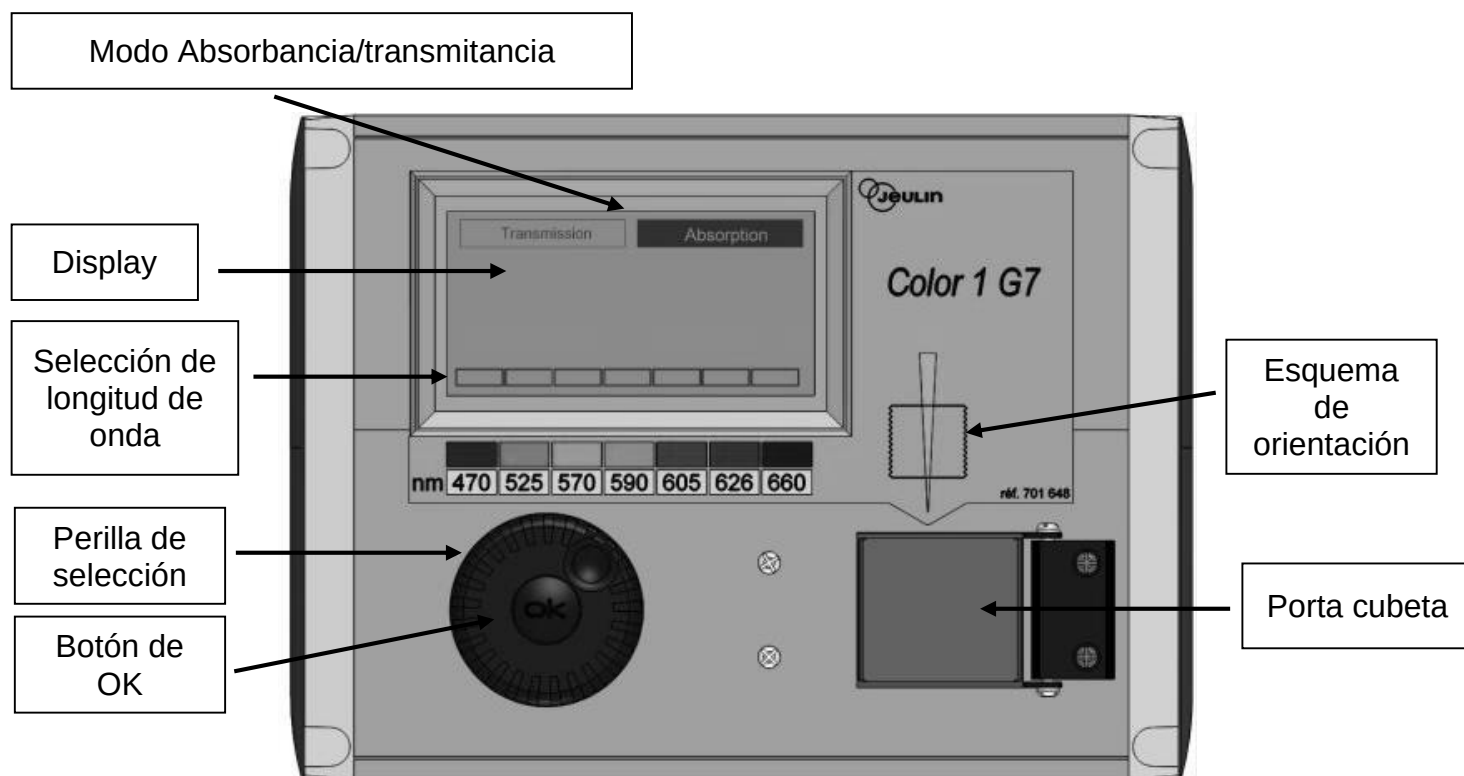
Debido a que la concentración de especies de hierro es muy baja, se utiliza un complejo coloreado de hierro(III) con el ligando tiocianato SCN^- para cuantificar la cantidad de hierro mediante medidas espectrofotométricas.

Tu objetivo es determinar la concentración total de hierro en el vino blanco proporcionado, utilizando espectrofotometría, y determinar la estequiometría del complejo tiocianato-hierro(III).

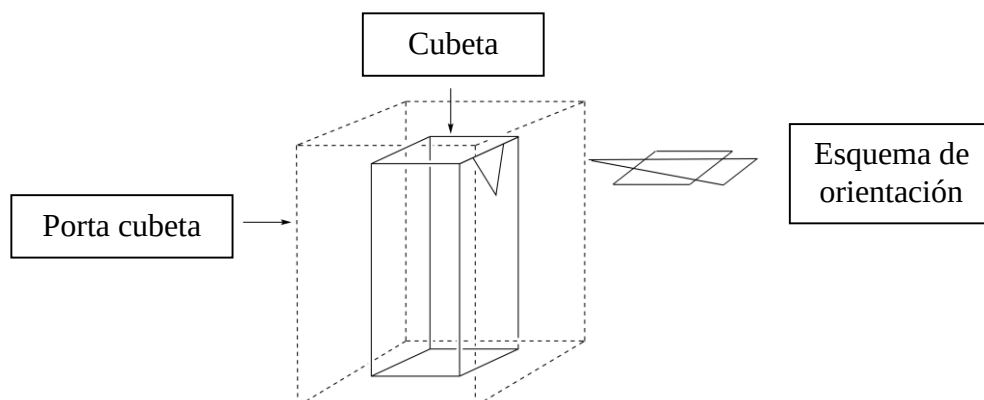
ADVERTENCIAS

- En esta prueba te serán entregadas dos soluciones de hierro(III) y dos de tiocianato de potasio de diferente concentración. Ten cuidado de no confundirlas.
- Una vez que tengas listas las soluciones para las medidas espectrofotométricas, registra la absorbancia en un período no mayor a una hora luego de la adición de tiocianato.
- Cuando necesites un colorímetro, levanta tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio te dará un colorímetro etiquetado. Tendrás uso exclusivo de ese colorímetro por hasta 15 minutos. El asistente retirará el colorímetro cuando hayas terminado o cuando los 15 minutos se hayan acabado. Si no hay colorímetro disponible en el momento exacto en que lo necesites se te agregará a una lista de espera.
- Las instrucciones de uso del colorímetro se presentan en la próxima página.
- Puedes pedir tiempo de colorímetro hasta tres veces en total para este problema.

Instrucciones de uso del colorímetro



- Enchufa el colorímetro.
- Revisa que la opción "Absorption" se encuentre seleccionada. Si no lo está, gira la perilla de selección hasta que la línea punteada aparezca alrededor de "Absorption" y luego presiona el botón de OK.
- Gira la perilla de selección hasta que aparezca una línea punteada en la longitud de onda deseada (470 nm). Presiona el botón de OK.
- Coloca la cubeta con solución de blanco (utiliza un volumen de aproximadamente tres cuartos del total) en el porta cubeta. Ten cuidado de elegir la orientación correcta (mira el esquema de orientación en el colorímetro, la dirección del haz se indica con una flecha amarilla, mira la figura más abajo). Empuja la cubeta hasta el fondo. Cierra la tapa del porta cubeta.
- Gira la perilla de selección hasta que una línea punteada aparezca alrededor de "Absorption" y presiona el botón OK. Utilizando nuevamente la perilla, resalta "Calibration" y presiona nuevamente el botón OK.
- Espera hasta que se lea en el display 0.00 (o -0.00).
- Coloca la cubeta con la solución a analizar en el porta cubeta (utilizando un volumen de aproximadamente tres cuartos del total). Cierra la tapa.
- Lee el valor de absorbancia.



I. Determinación del contenido de hierro en vino

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

Procedimiento

1. Siguiendo la siguiente tabla, **prepara** 6 tubos agregando los volúmenes requeridos de las soluciones proporcionadas.

Tubo #	1	2	3	4	5	6
Solución 0.000200 M de hierro(III)	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Solución 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
Solución de peróxido de hidrógeno					0.5 mL	0.5 mL
Agua destilada	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Tapa** los tubos y agita para **homogeneizar**.

3. **Agrega** 1.0 mL de solución 1 M de tiocianato de potasio en los tubos 1, 2, 3, 4 y 5. **No** agregues en el tubo 6. **Tapa** los tubos y agita para **homogeneizar**.

4. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta** tu tarjeta HELP para que un asistente de laboratorio te asigne un colorímetro.

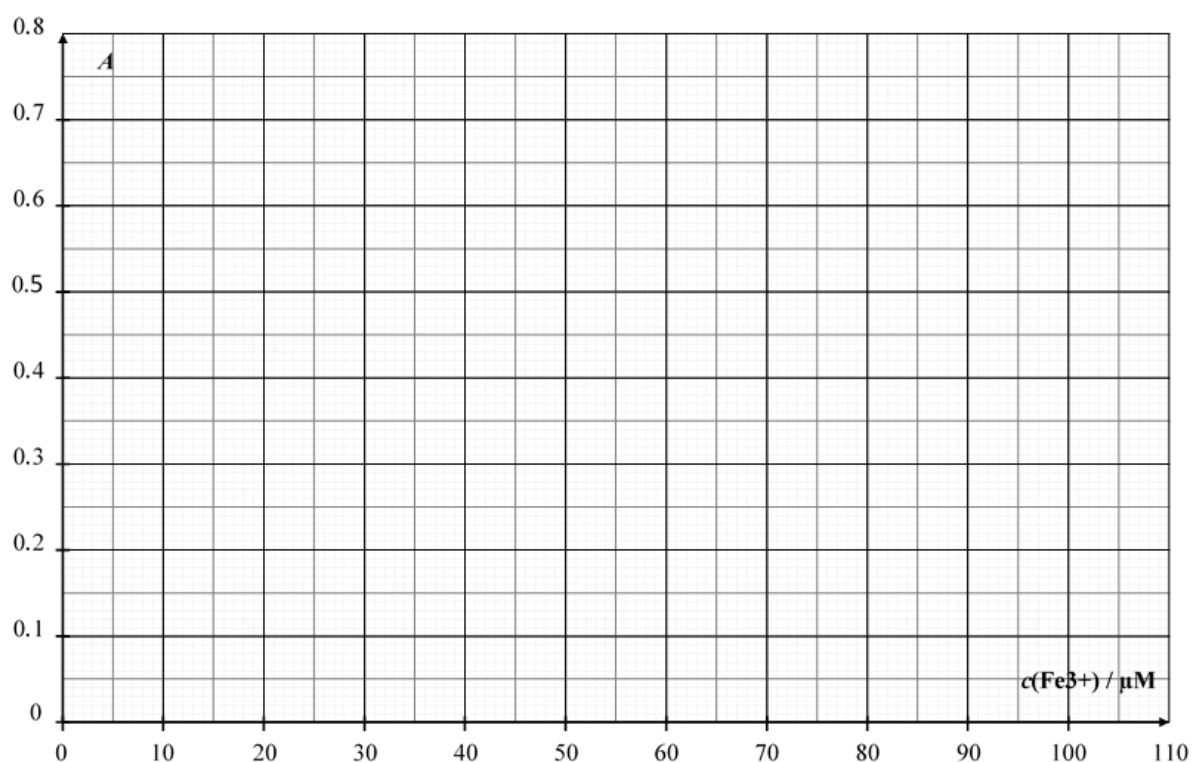
5. **Prepara** el colorímetro utilizando el procedimiento descrito anteriormente (ver página 16). **Elige** una longitud de onda de 470 nm. **Utiliza** agua destilada para el blanco.

6. **Registra** la absorbancia de cada tubo (1 al 6) a esta longitud de onda. **Escribe** los resultados en la siguiente tabla. **Levanta** tu tarjeta HELP 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. **Grafica** la absorbancia A de los tubos **1** a **4** en función de la concentración analítica de Fe^{3+} en cada tubo.



- Marca con una cruz en la siguiente tabla los puntos que consideraste para tu curva de calibración.

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

2. Utilizando el gráfico anterior y los datos que elegiste, **dibuja** la línea recta correspondiente a la curva de calibración en la gráfica de la página anterior. **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 no pudiste calcular $c(\text{Fe}^{3+})$, puedes utilizar el valor $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ para el resto del problema.

3. **Calcula** la concentración de hierro de la muestra de vino blanco expresada en mg por litro.

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

II. Determinación de la estequiometría del complejo

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

Procedimiento

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

Para esta parte se proporciona las siguientes soluciones acuosas:

- Solución 0.00200 M de hierro(III) (acidulada previamente) (80 mL)
- Solución 0.00200 M de tiocianato de potasio (80 mL)

También tienes tubos de ensayo (con tapones que puedes lavar y secar), pipetas graduadas, una cubeta, un colorímetro (a pedido) y cualquier otro material que tengas en tu mesada y pienses que sea útil.

1. **Completa** las primeras tres filas de la siguiente tabla con los valores de volumen que te permitirán determinar la estequiometría del complejo mediante medidas espectrofotométricas. *No es necesario llenar todas las columnas.* **Calcula** la fracción molar de hierro(III) en cada tubo utilizando 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 solución 0.00200 M de hierro(III) $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen de solución 0.00200 M 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									

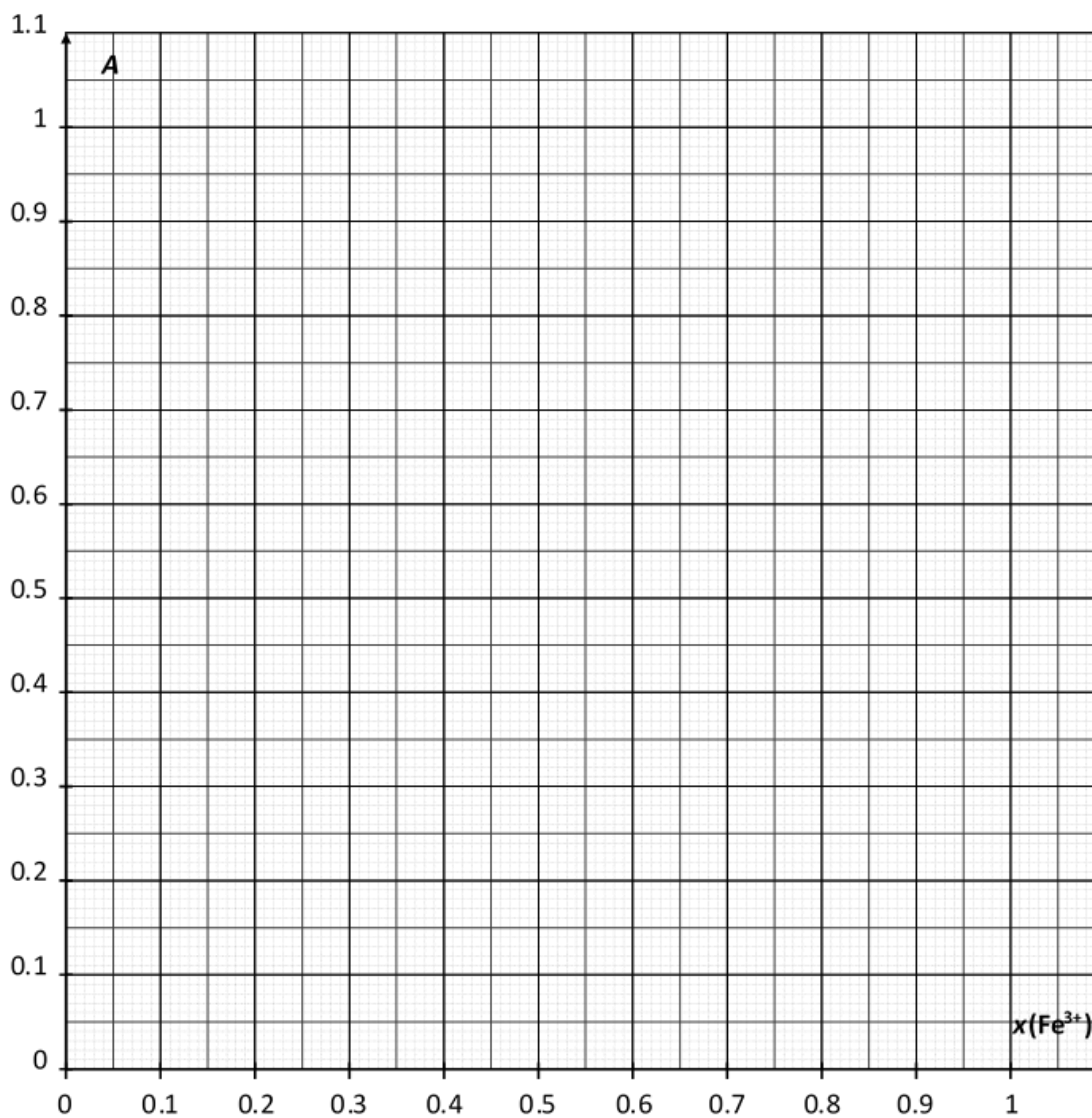
2. **Prepara** los tubos. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta** tu tarjeta HELP para que un asistente de laboratorio te asigne un colorímetro.

3. **Prepara** el colorímetro utilizando el procedimiento descrito anteriormente (ver página 16). **Elige** una longitud de onda de 470 nm. **Utiliza** agua destilada para el blanco.

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

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

$a =$ _____

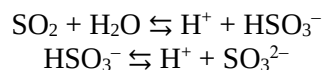
$b =$ _____

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
	Calificación									

Problema P3. Conservación del vino

El dióxido de azufre, SO_2 , se usa como conservante en el vino.

Cuando se agrega SO_2 al vino, éste reacciona con agua liberando iones bisulfito, HSO_3^- , y protones, H^+ . El bisulfito puede convertirse también en sulfito, SO_3^{2-} , por pérdida de un segundo protón.



Estas tres formas diferentes del dióxido de azufre en agua pueden reaccionar con sustancias químicas del vino como por ejemplo, acetaldehído, pigmentos, azúcares, etc. formando productos P. La concentración total de dióxido de azufre es la suma de la concentración de las tres formas “libres” (SO_2 , HSO_3^- y SO_3^{2-}) y P.

La concentración necesaria para conservar el vino está regulada porque tanto el sulfito como el dióxido de azufre pueden ser peligrosos para algunas personas. El contenido total máximo de dióxido de azufre permitido por la Unión Europea es 100 mg L^{-1} para el vino tinto y 150 mg L^{-1} para el blanco o rosado.

Tu objetivo es determinar la concentración total de dióxido de azufre en una muestra de vino blanco por iodometría.

Procedimiento

I. Estandarización de la solución de tiosulfato de sodio

1. Tienes una muestra con aprox. 100 mg de iodato de potasio puro, KIO_3 . La masa exacta está escrita en la etiqueta del frasco. **Registra** el valor en la tabla de la siguiente página.
2. **Prepara** 100 mL de una solución de iodato de potasio utilizando un matraz aforado de 100 mL, todo el sólido de iodato de potasio proporcionado y agua destilada. Esta solución se llama S.
3. En un Erlenmeyer de 100 mL, **agrega**:
 - Con una pipeta aforada, 20 mL de solución S;
 - Con una probeta de 5 mL, 5 mL de solución de yoduro de potasio (0.5 M);
 - Con una probeta de 10 mL, 10 mL de solución de ácido sulfúrico (2.5 M).
4. **Agita** el Erlenmeyer, **cúbrelo** con Parafilm y **colócalo** en el armario debajo de tu mesada por al menos cinco minutos.
5. **Carga** la bureta con la solución de tiosulfato de sodio provista, usando un vaso de precipitados. **Titula** el contenido del Erlenmeyer agitando constantemente. Cuando el líquido se torna de color amarillo pálido, **agrega** diez gotas de solución de almidón y **continúa titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen utilizado V_1 .
6. **Repite** el procedimiento (pasos 3-5) cuantas veces consideres necesarias.

Masa de iodato de potasio (registra el valor de la etiqueta)	
Análisis n°	V_1 / mL
1	
2	
3	
Valor reportado V_1 / mL	

II. Estandarización de la solución de iodo

- Con una pipeta aforada, **transfiere** 25 mL de la solución de iodo rotulada como I_2 a un Erlenmeyer de 100 mL.
- Titula** el contenido del Erlenmeyer con la solución de tiosulfato de sodio. Cuando el líquido se torna de color amarillo pálido, **agrega** diez gotas de solución de almidón y **continúa titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen utilizado V_2 .
- Repite** el procedimiento (pasos 1-2) cuantas veces consideres necesarias.

Análisis n°	V_2 / mL
1	
2	
3	
Valor reportado V_2 / mL	

III. Determinación de dióxido de azufre total

1. Con una pipeta aforada, **transfiere** 50 mL de vino a un Erlenmeyer de 250 mL.
2. **Agrega** 12 mL de la solución de hidróxido de sodio (1 M), utilizando una probeta de 25 mL. **Cubre** el Erlenmeyer con Parafilm, **agita** el contenido y dejalo reposar por al menos 20 minutos.
3. **Agrega** 5 mL de la solución de ácido sulfúrico (2.5 M), y aprox. 2 mL de la solución de almidón utilizando una pipeta Pasteur de plástico.
4. **Titula** el contenido del Erlenmeyer con la solución de iodo cargada en la bureta, hasta que aparezca un color oscuro y se mantenga por al menos 15 segundos. **Registra** el volumen utilizado **V_3** .
5. **Repite** el procedimiento (pasos 1-4) cuantas veces consideres necesarias.

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

Preguntas

1. **Escribe** la ecuación balanceada 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 iodato 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 $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$, puedes usar el valor $c(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 0.0500 \text{ mol L}^{-1}$ en el resto del problema.

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

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

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

4. **Escribe** la ecuación de la reacción entre el iodo, 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 de dióxido de azufre total de la muestra de vino, expresada en mg por litro. La masa molar de dióxido de azufre es $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

PENALIZACIONES

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