

EXAMEN PRÁCTICO



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

Haciendo ciencia juntos!

24-07-2019



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 contiene 29 páginas.
- Antes de comenzar el examen práctico se dará la indicación de Leer (**Read**). Dispones de 15 minutos para leer el cuadernillo del examen. Durante ese tiempo sólo podrás **leer; no escribas ni uses la calculadora durante este tiempo**.
- Puedes comenzar a trabajar apenas se dé la indicación de Inicio (**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 lapicero 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 de examen. Recuerda que **nada de lo que esté escrito fuera de los cuadros designados será evaluado**.
- El cuadernillo del 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 para acompañarte.
- Si tu espacio de trabajo 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. Una segunda violación a las reglas 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 supondrá la resta de 1 punto de los 40 del examen práctico.
- El supervisor del laboratorio avisará 30 minutos antes del fin de la prueba. Se dará la indicación de Pare (**Stop**) al finalizar el tiempo del examen.
- Debes parar de trabajar inmediatamente cuando se dé la indicación de Pare (**Stop**). No dejar de trabajar durante el primer minuto luego de dada la indicación de Pare (**Stop**) resultará en la anulación de tu examen práctico.
- Luego de dada la indicación de Pare (**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 del examen, coloca el mismo en el sobre y entrégalo para ser evaluado junto con tu producto y las placas de cromatografía de capa delgada (TLC) usadas.

Reglas de laboratorio y seguridad

- Debes usar el mandil de laboratorio todo el tiempo y mantenerlo abotonado. El calzado debe cubrir completamente el pie y talón.
- Utiliza los lentes de seguridad o lentes de medida en todo momento 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. Mantén tanto tu área de trabajo como las áreas 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 inmediatamente cualquier derrame y/o vidrio roto de la mesa de trabajo o suelo.

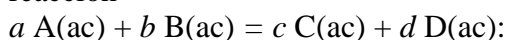
- Todos los residuos deben ser desechados adecuadamente para prevenir contaminación o lesiones. Las soluciones acuosas pueden ser descartadas en el caño. Los residuos orgánicos deben ser descartados en el recipiente para Residuos Orgánicos (“Organic waste”).

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 del electrón:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
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:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{\text{cell}}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$

Cociente de reacción, Q , para la reacción



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

Ecuación de Henderson–Hasselbalch:

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

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

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

Ley de Beer–Lambert :

$$A = \epsilon l c$$

Expresiones de la ley de velocidad integrada para:

- Orden cero:

$$[A] = [A]_0 - kt$$

- Orden uno:

$$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$$

- Orden dos:

$$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$$

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”:

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

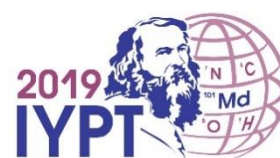
$$1 \text{ mM} = 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

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

Tabla periódica

1																	18
1 H 1.008																	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 repetidas.
- 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 desionizada en: - Piseta (mesa de trabajo) - Botella plástica (mesa de trabajo) - 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 vial de vidrio ámbar	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 [®] (sal de peroxomonosulfato de potasio), 7.87 g en frasco de plástico	Oxone[®]	H314
Muestra de 4-nitrobenzaldehído para TLC	TLC standard	H317, H319

Para el problema P2

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

Para el problema P3

Reactivos	Etiqueta	Declaraciones de peligro SGA
Solución de yodo 0.01 M, 200 mL en frasco ámbar de plástico	I₂	H372
Solución de tiosulfato de sodio 0.03 M, 200 mL en frasco de plástico	Na₂S₂O₃	No peligroso
Solución de NaOH 1 M, 55 mL en frasco de plástico	NaOH	H290, H314
Solución de ácido sulfúrico 2.5 M, 80 mL en frasco de plástico	H₂SO₄	H290, H315, H319
Solución de yoduro de potasio 0.5 M, 25 mL en frasco de plástico	KI	H372
Yodato de potasio, <i>ca</i> 100 mg (masa exacta escrita en la etiqueta), en vial 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
Lentes de seguridad	1
Botella de plástico de 1 L para residuos orgánicos etiquetada como “ Organic waste ”	1
Papel toalla	15 hojas
Papel de pesado	30 hojas
Espátula (grande)	1
Espátula (pequeña)	1
Cronómetro	1
Lápiz	1
Borrador	1
Lapicero negro	1
Marcador permanente para vidrio	1
Regla	1

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

Para el problema P1

Material individual	Cantidad
Soporte universal de laboratorio con:	1
- Pinza pequeña	2
- Pinza grande	1
Matraz Erlenmeyer con esmerilado, 100 mL	1
Matraz Erlenmeyer con esmerilado, 50 mL	1
Condensador para reflujo	1
Plancha calentadora	1
Recipiente grande de vidrio para baño de hielo	1
Agitador magnético	1
Matraz Kitasato	1
Embudo Büchner con adaptador de goma	1
Bolsa cerrada con 3 papeles de filtro	1
Placa Petri	1
Cámara de elución para TLC, etiquetada como “ TLC elution chamber ”	1
Bolsa cerrada con 3 placas TLC (impregnadas con indicador fluorescente), etiquetadas con el Código del Estudiante	1
Capilares de vidrio para TLC (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
Gotero graduado de plástico descartable	2
Vial de vidrio ámbar de 1.5 mL con tapa para muestras de TLC, etiquetado como C y R	2
Vial de vidrio pre-pesado de 10 mL con tapa, etiquetado con el Código de estudiante	1
Barra para recuperar agitador magnético	1

Para el problema P2

Material 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 tubo de ensayo	7
Cubeta de plástico para colorímetro, camino óptico 1.0 cm	2
Vaso de precipitados, 100 mL	2
Gotero graduado de plástico descartable	15

Para el problema P3

Material individual	Cantidad
Soporte universal con bureta y pinza para bureta	1
Bureta, 25 mL	1
Embudo de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer, 100 mL	3
Matraz Erlenmeyer, 250 mL	3
Vaso de precipitados, 150 mL	1
Vaso de precipitados, 100 mL	2
Fiola con tapa, 100 mL	1
Pipeta volumétrica, 50 mL	1
Pipeta volumétrica, 25 mL	1
Pipeta volumétrica, 20 mL	1
Probeta, 25 mL	1
Probeta, 10 mL	1
Probeta, 5 mL	1
Gotero graduado de plástico descartable	3
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. Oxidación verde del nitrobenzaldehído

A lo largo de las últimas décadas, los químicos han intentado reemplazar agentes dañinos en procesos de oxidación, y así reducir el tratamiento de desechos tóxicos para el medio ambiente. En este problema, se ha escogido como agente oxidante al peroxomonosulfato de potasio porque solo produce sales de sulfato que no son tóxicas ni contaminantes. En este problema se te proporciona este agente con el nombre de Oxone[®]. Adicionalmente, esta reacción se realiza en una mezcla de agua y etanol, considerados como solventes verdes.

Tu tarea en este problema será realizar la oxidación del 4-nitrobenzaldehído, recrystalizar el producto, comparar eluyentes de Cromatografía de Capa Delgada (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

- Mezcla** 20 mL de agua y 5 mL de etanol.
- Inserta** el agitador magnético en el matraz Erlenmayer **esmerilado** de 100 mL.
- Transfiere** los 1.51 g, previamente pesados, de 4-nitrobenzaldehído al matraz Erlenmeyer. **Añade** toda la mezcla de agua/etanol preparada en el paso 1. **Sujeta** el matraz Erlenmeyer al soporte universal usando una pinza. Comienza la agitación magnética de la mezcla, y luego **añade** los 7.87 g de Oxone[®] previamente pesados.
- Conecta** el condensador de reflujo al matraz Erlemeyer uniendo sus esmerilados abriendo y ajustando cuidadosamente la pinza grande (ver Figura 1). **Levanta** la tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir la llave del agua y encender la plancha de calentamiento.
- Calienta** la mezcla de reacción con un reflujo suave (aproximadamente 1 gota por segundo) durante 45 minutos. La marca en la plancha de calentamiento corresponde a la potencia necesaria para obtener un reflujo suave.

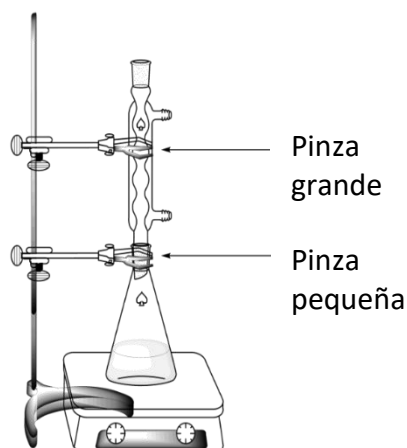


Figura 1. Sistema para calentar la mezcla de reacción bajo reflujo

6. Luego de esto, **apaga** el calentamiento de la plancha. **Retira** la plancha de calentamiento y **deja** enfriar la mezcla de reacción por 10 minutos. Para la cristalización, **coloca** el matraz con la mezcla en un baño de agua y hielo preparado en el recipiente grande de vidrio. **Déjalo** reposar allí por 10 minutos.

7. **Arma** un sistema de filtración al vacío (ver Figura 2) usando un embudo Büchner, un papel de filtro, y un matraz Kitasato que debe estar asegurado al soporte universal con una pinza pequeña. **Levanta** la tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a mostrarte cómo conectar el sistema al vacío.

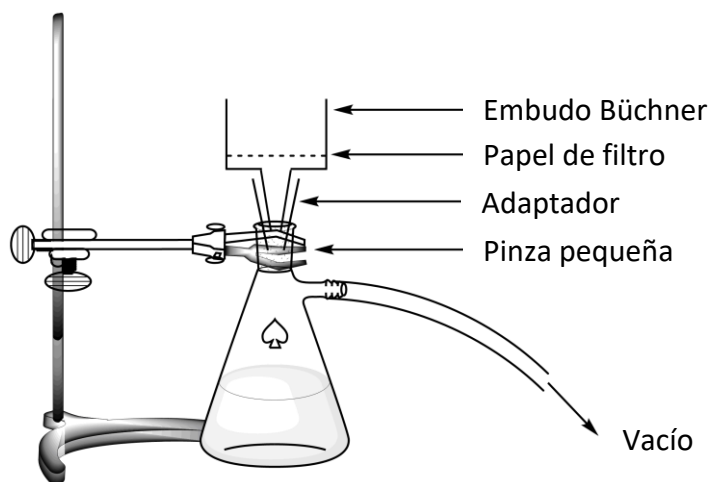


Figura 2. Sistema para la filtración al vacío

8. **Humedece** el papel de filtro con agua y **asegúrate** de que éste cubre todos los agujeros del embudo Büchner.

9. **Filtra** el producto usando el embudo Büchner con el sistema de vacío. **Lava** el sólido con abundante agua desionizada (por lo menos 4×20 mL).

10. **Deja** secar el sólido por lo menos 5 minutos al vacío. **Desconecta** la fuente de vacío. **Usa** la espátula pequeña para transferir una pequeña cantidad de producto al vial de color ámbar de 1,5 mL, **etiquetado como C**. **Cierra** el vial y **guárdalo** para la parte III.

11. **Transfiere** todo lo que queda del sólido al matraz Erlenmeyer esmerilado de 50 mL.

12. **Desecha** el líquido de filtrado en la botella "Organic Waste". **Lava** tanto el embudo Büchner como el Kitasato con etanol y agua. Desecha todos los líquidos del lavado en la botella "Organic Waste".

II. Recristalización del producto

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

2. **Recristaliza** el producto impuro contenido en el matraz Erlenmeyer esmerilado de 50 mL con la cantidad que consideres **necesaria** de la mezcla agua/etanol usando el mismo sistema de reflujo (ver Figura 1). **Levanta** la tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir la llave de agua y encender la plancha de calentamiento. **Añade** la mezcla de solventes por la parte superior del condensador si fuese necesario.

- 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 pequeña cantidad de producto recristalizado al vial de color ámbar de 1,5 mL, **etiquetado como R**. **Cierra** el vial y **guárdalo** para la parte III.
- Transfiere** el resto del producto recristalizado al vial etiquetado con tu Código de Estudiante. **Cierra** el vial.
- Deshecha** el líquido de filtrado en la botella “Organic waste” y **levanta** la tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a cerrar la llave de agua.

III. Análisis por TLC

- Prepara la cámara de elución. Coloca el eluyente A** en la cámara de elución, etiquetada como “TLC elution chamber”, hasta aproximadamente una altura de 0,5 cm. Cúbrela con una placa Petri. **Espera** que el eluyente sature la atmósfera de la cámara de elución.
- Prepara tus muestras.** Se te ha proporcionado una muestra de 4-nitrobenzaldehído en un vial de color ámbar etiquetado como **TLC standard** (identificado como **S** en la placa). También tienes las muestras del producto impuro (vial **C**) y del producto recristalizado (vial **R**) en los dos otros viales de color ámbar. **Añade** aproximadamente 1 mL de etanol en cada uno de los viales para disolver tus muestras.
- Prepara la placa TLC.** Usa un lápiz para **marcar** la línea base (1 cm por encima del borde inferior de la placa), y marca las posiciones de cada una de las 3 muestras, y la línea del frente del solvente. **Rotula** las posiciones como **S** (reactivo de partida), **C** (producto impuro), y **R** (producto recristalizado) (ver Figura 3). En la parte superior derecha de la placa, **escribe** el eluyente utilizado (**Eluyente A** o **Eluyente B**). **Aplique** las tres muestras en las placas usando los capilares.

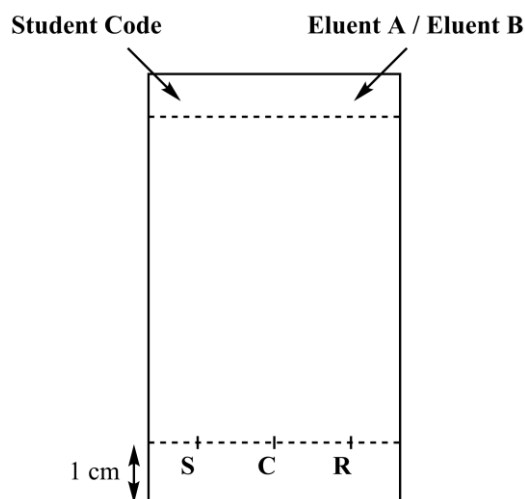
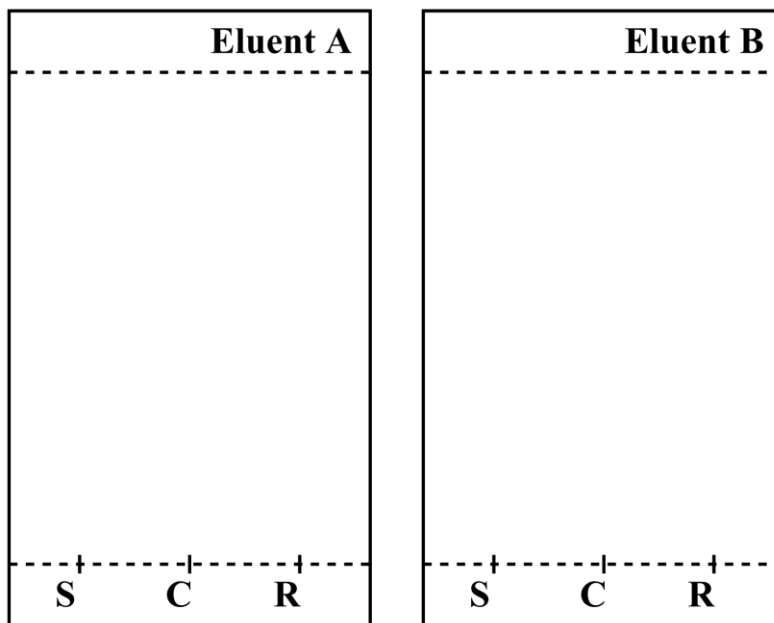


Figura 3. Preparación de una placa TLC

- Corra la placa TLC.** Utilizando las pinzas, **introduce** la placa de TLC en la cámara de elución “TLC elution chamber” y **cúbrela** con una placa de Petri. **Deja** eluir el solvente hasta la línea de frente de solvente previamente marcada. **Utiliza** las pinzas para **retirar** la placa y déjala secar.
- Revela la placa TLC. Coloca** la placa TLC bajo la lámpara UV ubicada en la campana de uso común. Con un lápiz, **encierra** con un círculo cada uno de los puntos visibles.

6. **Desecha el eluyente en la botella “Organic waste”.**
7. **Repite** el procedimiento (III.1-III.6) con el eluyente B.
8. **Coloca** tus placas en la bolsa etiquetada con tu Código de Estudiante.

Resultados del análisis de TLC. Puedes usar los siguientes esquemas para dibujar tus placas TLC y responder las siguientes preguntas. Sin embargo, estos esquemas no serán evaluados.



Al finalizar el examen, tu supervisor del laboratorio vendrá a recoger lo siguiente:

- El vial de vidrio etiquetado con tu Código de Estudiante con tu producto recristalizado.
- Las placas de TLC eluídas en A y B y guardadas en la bolsa etiquetada con tu Código de Estudiante.

Submitted items	
Recrystallized product	<input type="checkbox"/>
TLC plate A	<input type="checkbox"/>
TLC plate B	<input type="checkbox"/>
Signatures	
_____	_____
Student	Lab Supervisor

Preguntas

1. **Dibuja** la estructura del producto orgánico final de la reacción del 4-nitrobenzaldehído con el Oxone[®].

2. 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% del 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 de hierro del vino

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

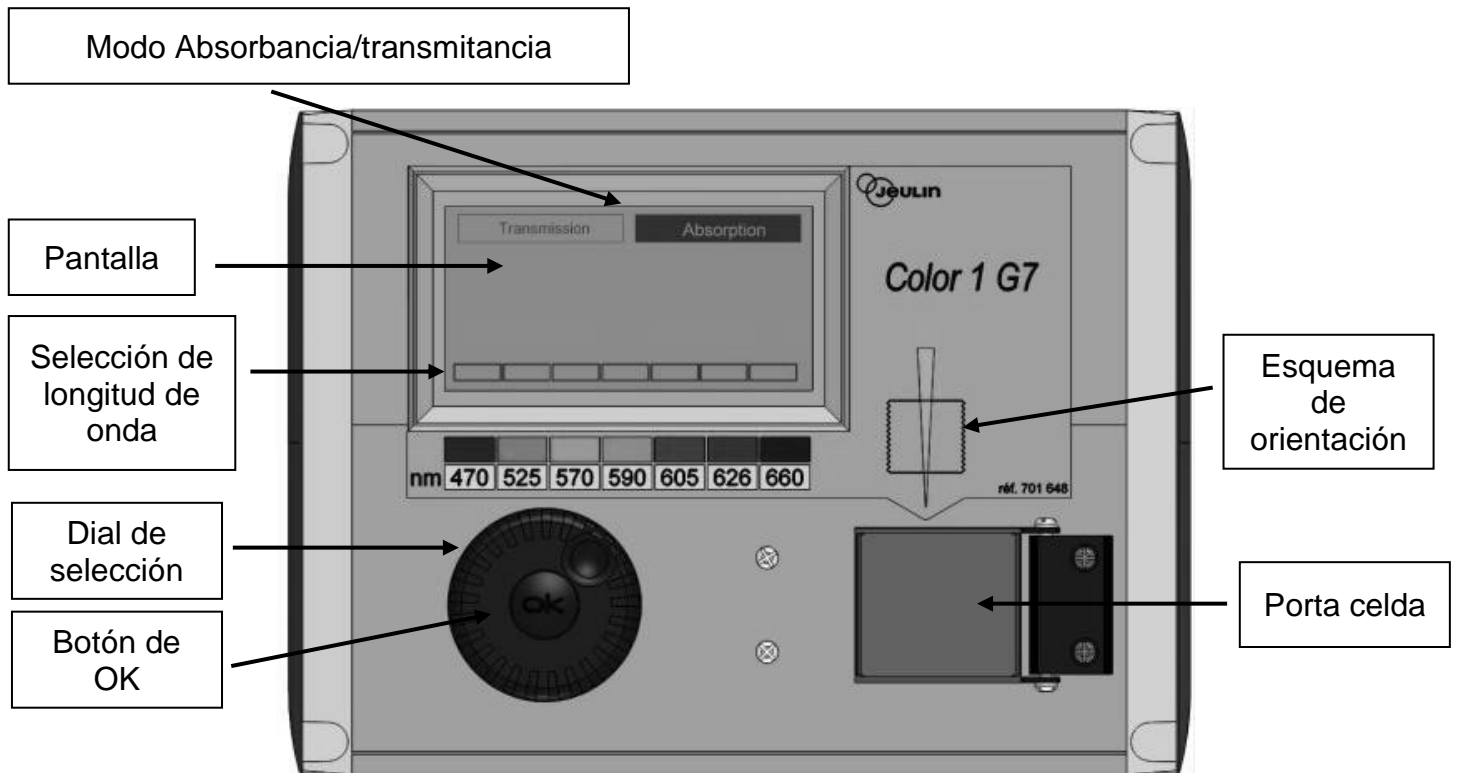
Debido a que la concentración de especies de hierro es muy baja, se utiliza un complejo coloreado de hierro(III) con el ligando tiocianato SCN^- para cuantificar la cantidad de hierro, mediante medidas espectrofotométricas.

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

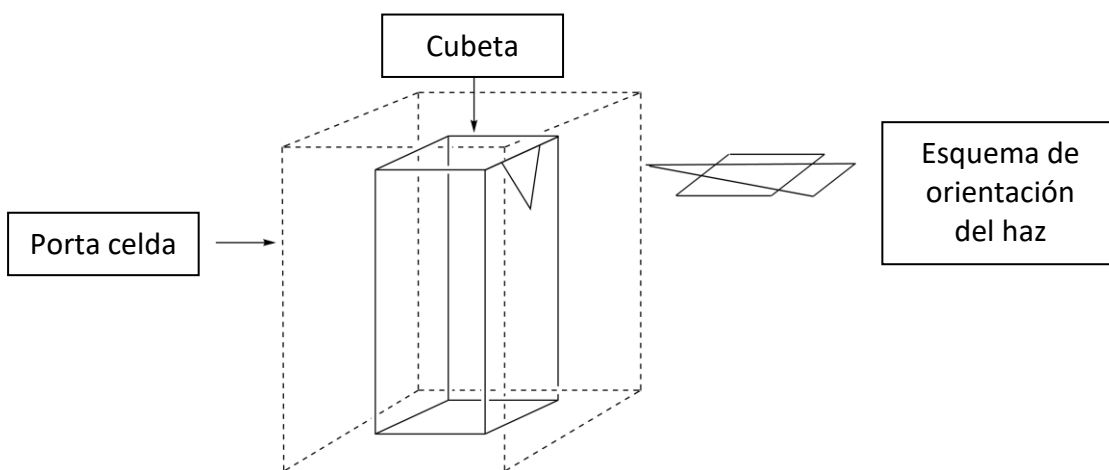
ADVERTENCIA

- 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 tenga listas las soluciones para las mediciones espectrofotométricas, registra la absorbancia en un período no mayor a una hora luego de la adición de tiocianato.
- Cuando necesite un colorímetro, levanta tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio te dará un colorímetro etiquetado. Tendrás uso exclusivo de ese colorímetro hasta por 15 minutos. El asistente retirará el colorímetro cuando hayas terminado o 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 siguiente página.
- Puedes pedir usar el colorímetro hasta en tres ocasiones para este problema.

Instrucciones de uso del colorímetro



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



I. Determinación de contenido de hierro en vino

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

Procedimiento

1. **Prepara** 6 tubos de ensayo agregando los volúmenes requeridos de las soluciones proporcionadas que se describen en la siguiente tabla.

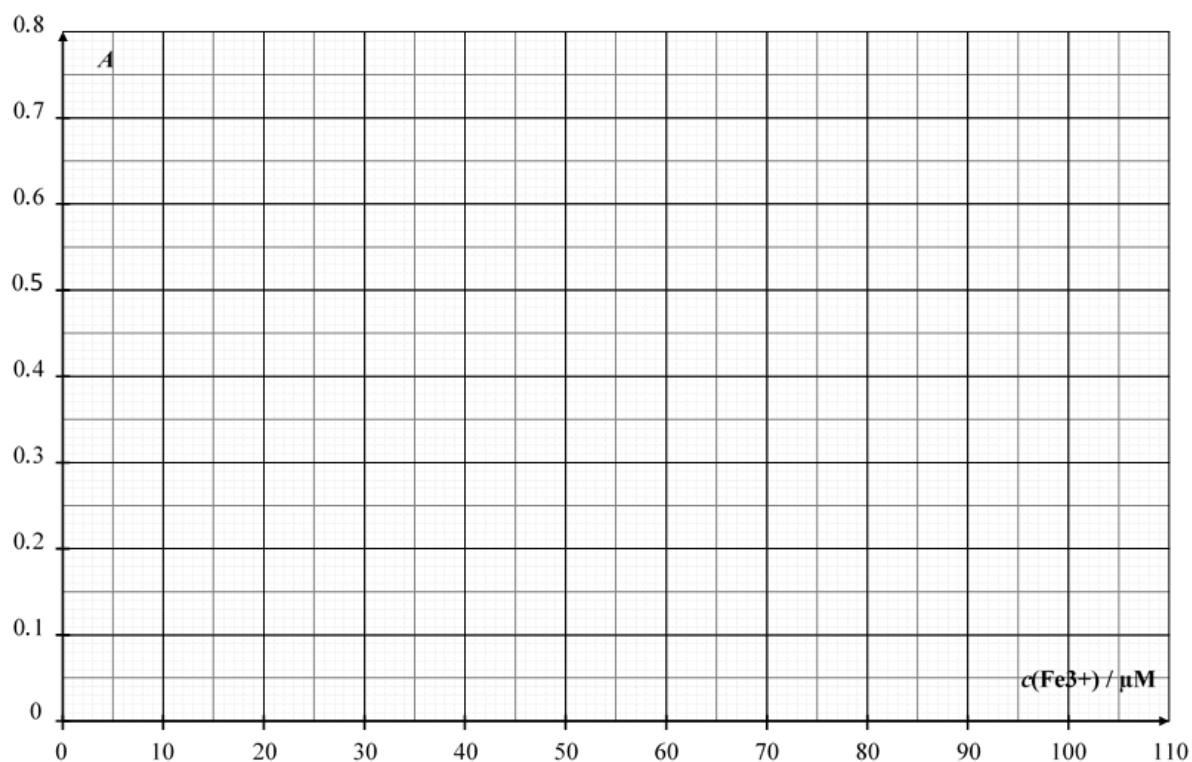
Tube #	1	2	3	4	5	6
Solución de hierro(III) 0.000200 M	1.0 mL	2.0 mL	4.0 mL	6.0 mL		
Solución de ácido perclórico 1 M	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL	1.0 mL
Muestra de vino					10.0 mL	10.0 mL
Solución de peróxido de hidrógeno					0.5 mL	0.5 mL
Agua desionizada	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Tapa** los tubos y **homogeniza**.
3. **Agrega** 1.0 mL de la solución de tiocianato de potasio 1 M en en los tubos **1, 2 3, 4 y 5**. **No** la agregues al tubo **6**. **Tapa** los tubos y **homogeniza**.
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 17). **Elige** la longitud de onda de 470 nm. **Utiliza** agua desionizada 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 en la siguiente tabla los puntos que consideraste para tu curva de calibración.

Tubo #	1	2	3	4
Valores de absorbancia para 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 anterior y **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 la $c(\text{Fe}^{3+})$, puedes usar el valor de $c(\text{Fe}^{3+}) = 50 \mu\text{mol L}^{-1}$ en el resto del problema.

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

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

II. Determinación de la estequiometría del complejo

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

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 de hierro(III) 0.00200 M (acidificada previamente) (80 mL)
- Solución de tiocianato de potasio 0.00200 M (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 mesa de trabajo y pienses que sea útil.

1. **Completa** las tres primeras 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:

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

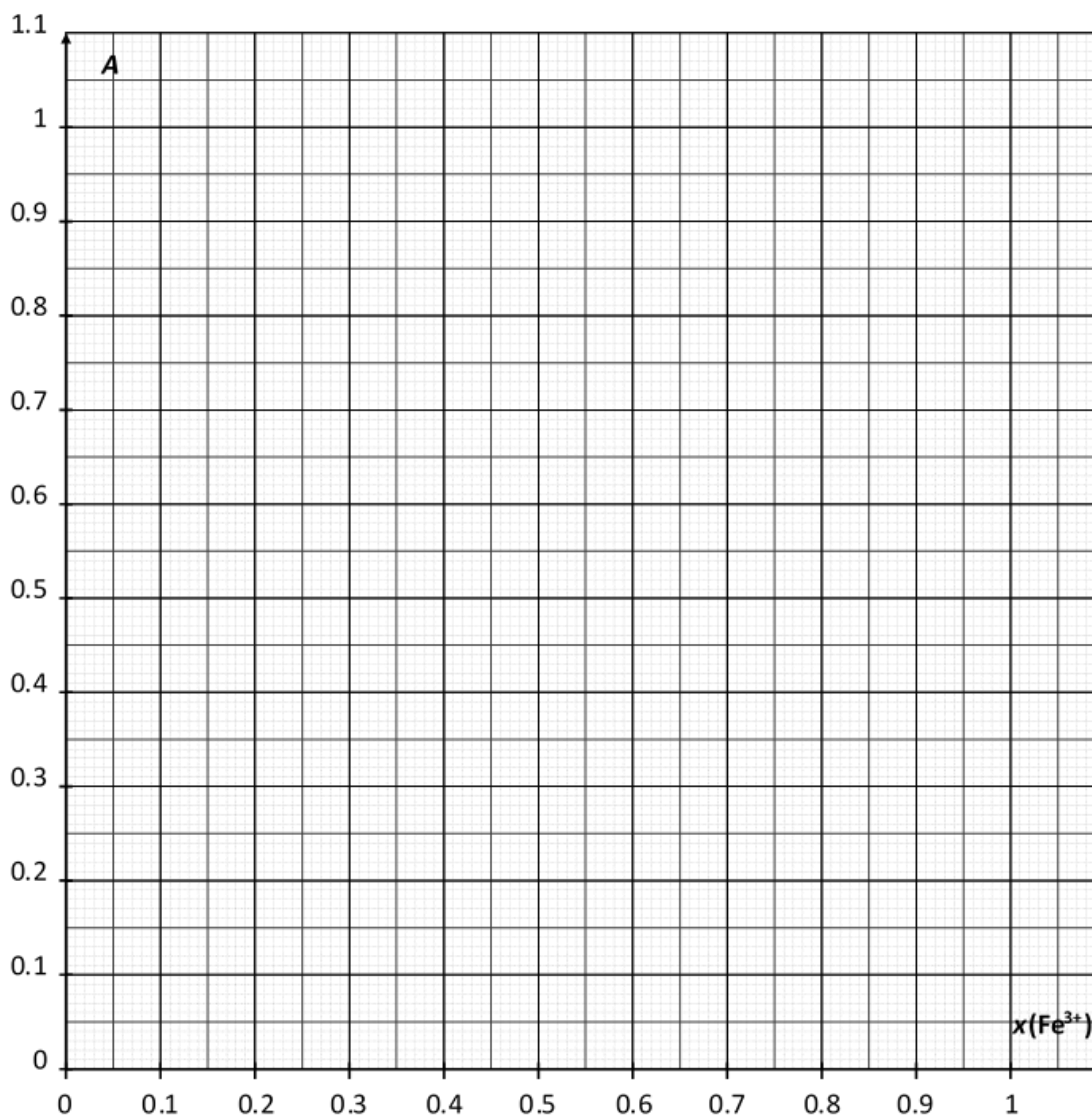
Tubo #	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Volumen de solución de hierro(III) 0.00200 M $V_{\text{Fe(III)}} / \text{mL}$									
Volumen de solución de tiocianato de potasio 0.00200 M $V_{\text{SCN}^-} / \text{mL}$									
Fracción molar de hierro(III) $x(\text{Fe}^{3+})$									
Absorbancia (a 470 nm)						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

2. **Prepara** los tubos. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta** tu tarjeta HELP para que un asistente de laboratorio te asigne un colorímetro.
3. **Prepara** el colorímetro utilizando el procedimiento descrito anteriormente (ver página 17). **Elige** la longitud de onda de 470 nm. **Utiliza** agua desionizada para el blanco.

4. **Registra** la absorbancia de cada tubo a esta longitud de onda. **Escribe** los resultados en la tabla 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 $[(\text{Fe})_a(\text{SCN})_b]^{(3a-b)+}$.

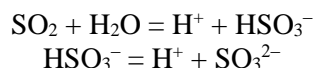
$a =$ _____

$b =$ _____

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
	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 la fiola 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 tu 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, **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 .
- 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

- Con una pipeta volumétrica, **transfiere** 25 mL de la solución de yodo I_2 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, **añade** 10 gotas de la solución de almidón (starch) y **continúa titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen usado como volumen V_2 .
- 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 graduado 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. **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 $M(\text{SO}_2) = 64.1 \text{ g mol}^{-1}$.

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

PENALIDADES

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