SLV_2

EXAMEN PRÁCTICO

I C h O

51st — International Chemistry Olympiad
France — Paris — 2019

Making science together!

2019-07-24

2018 ANNÉE DE LA CHIMIE de l'école à l'université 2019

Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA JEUNESSE

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

Instrucciones Generales

- Este folleto del examen práctico contiene 27 páginas.
- Antes del inicio del examen práctico, se dará la instrucción **Read**. Tendrás 15 minutos para leer el folleto del examen. Solo puedes **leer** durante este tiempo; **no escribas ni uses la calculadora.**
- Puedes empezar a trabajar tan pronto como la instrucción **Start** sea dada. Tendrás **5 horas** para completar el examen.
- Puedes trabajar los problemas en cualquier orden, pero **es aconsejable iniciar con el problema P1.**
- Todos los resultados y respuestas deben estar escritos claramente **con lapicero en las respectivas áreas designadas en este folleto**. Respuestas escritas fuera de los recuadros de respuesta no serán calificados.
- Si necesitas papel como borrador, utiliza la parte de atrás de las hojas del examen. Recuerda que **nada fuera de las áreas designadas será calificado**.
- La versión oficial en inglés del folleto del examen está disponible previa solicitud y sirve solo para clarificación.
- Si necesitas salir del laboratorio (para usar el baño o tomar un refresco o snack), levanta la carta apropiada. Un asistente de laboratorio vendrá para acompañarte.
- Los estantes superiores no podrán ser utilizados durante el examen con el propósito de tener igualdad de condiciones.
- Debes **seguir las normas de seguridad** dadas en el reglamento de la IChO. Si rompes las reglas de seguridad, recibirás solo un llamado de atención del asistente de laboratorio. Cualquier violación de alguna regla de seguridad luego del primer llamado tendrá como consecuencia tu despido del laboratorio y la anulación de tu examen práctico.
- Los reactivos y materiales de laboratorio, a menos que se indique lo contrario, se rellenarán o reemplazarán sin penalización solo para el primer incidente. Cada incidente adicional provocará la deducción de 1 punto de los 40 puntos de tu examen práctico.
- El supervisor de laboratorio anunciará que faltan 30 minutos antes de la instrucción **Stop**.
- Debes detener tu trabajo inmediatamente cuando la instrucción **Stop** se anuncie. Si no dejas de trabajar o de escribir por un minuto o más, se anulará tu examen práctico.
- Luego que la instrucción **Stop** sea dada, el supervisor de laboratorio vendrá a firmar tu hoja de respuesta.
- Después que tú y el supervisor firmen, coloca este folleto dentro del sobre y entrégalo para que sea calificado junto a tu producto y las placas de cromatografía de capa delgada (TLC).

Reglas del laboratorio y seguridad

- Es obligatorio usar gabacha de laboratorio y mantenerla abotonada. El calzado debe cubrir completamente el pie y el talón.
- Siempre debes usar lentes de seguridad o lentes de prescripción mientras trabajes en el laboratorio. No uses lentes de contacto.
- No comer ni beber en el laboratorio. Los chicles no son permitidos.
- Trabaja solo en el área designada. Mantén ordenadas tu área de trabajo y las áreas de trabajo comunes.
- Los experimentos no autorizados no están permitidos. No se permiten modificaciones a los experimentos.
- No pipetees con tu boca. Siempre utiliza una propipeta.
- Limpia inmediatamente derrames y materiales de vidrio quebrados tanto de la mesa como del suelo.
- Todos los residuos deben ser apropiadamente descartados para evitar contaminación o lesiones. Las disoluciones acuosas son elegibles para su eliminación en el fregadero. Los residuos orgánicos deben eliminarse en el contenedor tapado marcado para este fin.

Constantes físicas y ecuaciones

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

Constante de Avogadro:	$N_A = 6.022 \cdot 10^{23}$ mol^{-1}
Constante universal de los gases:	$R = 8.314$ J mol^{-1} K^{-1}
Presión estándar:	$p^\circ = 1$ bar $= 10^5$ Pa
Presión atmosférica:	$P_{atm} = 1$ atm $= 1.013$ bar $= 1.013 \cdot 10^5$ Pa
Cero en la escala de Celsius:	273.15 K
Constante de Faraday:	$F = 9.649 \cdot 10^4$ C mol^{-1}
Watt:	1 W = 1 J s^{-1}
Kilowatt hora:	1 kWh $= 3.6 \cdot 10^6$ J
Constante de Planck:	$h = 6.626 \cdot 10^{-34}$ J s
Velocidad de la luz en el vacío:	$c = 2.998 \cdot 10^8$ m s^{-1}
Carga eléctrica:	$e = 1.6022 \cdot 10^{-19}$ C
Potencia eléctrica:	$P = \Delta E \times I$
Eficiencia energética:	$\eta = P_{obtained}/P_{applied}$
Relación Planck-Einstein:	$E = hc/\lambda$
Ecuación del gas ideal:	$pV = nRT$
Energía libre de Gibbs:	$G = H - TS$
	$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K^\circ$
	$\Delta_r G^\circ = -n F E_{cell}^\circ$
	$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln Q$
Cociente de reacción Q a A(aq) + b B(aq) = c C(aq) + d D(aq):	$Q = \frac{[C]^c[D]^d}{[A]^a[B]^b}$
Ecuación de Henderson−Hasselbalch:	$\mathrm{pH} = \mathrm{p}K_a + \log\frac{[A^-]}{[AH]}$
Ecuación de Nernst–Peterson:	$E = E^o - \frac{RT}{zF}\ln Q$
donde Q es el cociente de reacción para la semirreacción de reducción	at $T = 298$ K, $\frac{RT}{F}\ln 10 \approx 0.059$ V
Ley de Beer–Lambert:	$A = \varepsilon l c$
Ecuaciones de velocidad en la forma integrada:	
- Orden cero:	$[A] = [A]_0 - kt$
- Primer orden:	$\ln[A] = \ln[A]_0 - kt$
- Segundo orden:	$1/[A] = 1/[A]_0 + kt$
Vida media para un proceso de primer orden:	$t_{1/2} = \ln 2/k$
Masa molar promedio número M_n:	$M_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i}$
Masa molar promedio masa M_w:	$M_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i}$
Índice de polidispersidad I_p:	$I_p = \frac{M_w}{M_n}$

Nota

La unidad de concentración molar se representa como "M" o "mol L^{-1}":

1 M = 1 mol L^{-1} 1 mM = 10^{-3} mol L^{-1} 1 µM = 10^{-6} 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 -

Definición de las Declaraciones de Peligro GHS

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

Peligros físicos

H225 Líquido y vapores altamente inflamables.
H226 Líquidos y vapores inflamables.
H228 Sólido inflamable.
H271 Puede provocar incendios o explosiones; oxidante fuerte.
H272 Puede intensificar el fuego; oxidante
H290 Puede ser corrosivo para los metales.

Peligros de salud

H301 Tóxico por ingestión.
H302 Nocivo por ingestión.
H304 Puede ser fatal si se ingiere y entra en las vías respiratorias.
H311 Tóxico en contacto con la piel.
H312 Nocivo en contacto con la piel.
H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares.
H315 Causa irritación de la piel.
H317 Puede provocar una reacción alérgica en la piel.
H318 Provoca lesiones oculares graves.
H319 Provoca irritación ocular grave.
H331 Tóxico si se inhala.
H332 Nocivo si se inhala.
H333 Puede ser nocivo si se inhala.
H334 Puede provocar síntomas de alergia o asma o dificultades respiratorias si se inhala.
H335 Puede causar irritación respiratoria.
H336 Puede provocar somnolencia o vértigo.
H351 Se sospecha que provoca cáncer.
H361 Se sospecha que perjudica a la fertilidad o al feto.
H371 Puede provocar daños en los órganos.
H372 Provoca daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.
H373 Puede provocar daños en los órganos tras exposiciones prolongadas o repetidas.

Peligros ambientales

H400 Muy tóxico para la vida acuática.
H402 Nocivo para la vida acuática.
H410 Muy tóxico para la vida acuática con efectos de larga duración.
H411 Tóxico para la vida acuática con efectos de larga duración.
H412 Nocivo para la vida acuática con efectos de larga duración.

Reactivos

Para todos los problemas

Reactivos	Rotulado como	Frases H
Agua desionizada en: - Frasco lavador (mesa) - Botella plástica (mesa) - Recipiente plástico (estante)	**Deionized Water**	No peligroso
Etanol, en un frasco lavador	**Ethanol**	H225, H319
Muestra de vino blanco, 300 mL en una botella plástica ámbar	**Wine sample**	H225, H319

Para el problema P1

Reactivos	Rotulado como	Frases H
4-nitrobenzaldehído, 1.51 g en un vial de vidrio ámbar	**4-nitrobenzaldehyde**	H317, H319
Eluyente A, 20 mL en un vial de vidrio	**Eluent A**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Eluyente B, 20 mL en un vial de vidrio	**Eluent B**	H225, H290, H304, H314, H319, H336, H410
Oxone® (sal peroxomonosulfato de potasio), 7.87 g en una botella plástica	**Oxone®**	H314
Muestra de 4-nitrobenzaldehído para TLC	**TLC standard**	H317, H319

Para el problema P2

Reactivos	Rotulado como	Frases H
Disolución de tiocianato de potasio 1 M, 20 mL en una botella plástica	**KSCN 1 M**	H302+H312+H332, H412
Disolución de tiocianato de potasio 0.00200 M, 60 mL en una botella plástica	**KSCN 0.00200 M**	No peligroso
Disolución de ácido perclórico 1M, 10 mL en una botella plástica	**$HClO_4$**	H290, H315, H319
Disolución de hierro(III) 0.00200 M, 80 mL en una botella plástica	**Fe(III) 0.00200 M**	No peligroso
Disolución de hierro(III) 0.000200 M, 80 mL en una botella plástica	**Fe(III) 0.000200 M**	No peligroso
Disolución de peróxido de hidrógeno 0.3%, 3 mL en una botella de vidrio ámbar	**H_2O_2**	No peligroso

Para el problema P3

Reactivos	Rotulado como	Frases H
Disolución de yodo 0.01 M, 200 mL en una botella de vidrio ámbar	**I_2**	H372
Disolución de tiosulfato de sodio 0.03 M, 200 mL en una botella de plástico	**$Na_2S_2O_3$**	No peligroso
Disolución de NaOH 1 M, 55 mL en una botella plástica	**NaOH**	H290, H314
Disolución de Ácido Sulfúrico 2.5 M, 80 mL en una botella plástica	**H_2SO_4**	H290, H315, H319
Disolución de yoduro de potasio 0.5 M, 25 mL en una botella plástica	**KI**	H372
Yodato de potasio, *ca* 100 mg (masa exacta escrita en la etiqueta), en un vial de vidrio	**KIO_3**	H272, H315, H319, H335
Disolución de almidón, 25 mL en una botella plástica	**Starch**	No peligroso

Equipo de laboratorio
Para todos los problemas

Equipo personal	Cantidad
Pera de succión	1
Lentes de seguridad	1
Botella plástica de 1 L para residuos orgánicos, rotulada como "**Organic waste**"	1
Toallas de papel	15 hojas
Franela limpiadora de precisión	30 hojas
Espátula (larga)	1
Espátula (pequeña)	1
Cronómetro	1
Lápiz	1
Borrador	1
Lapicero negro	1
Marcador negro para cristalería	1
Regla	1

Equipo compartido	Cantidad
Lámpara UV para visualización de TLC	2 por laboratorio
Colorímetro	5 por laboratorio
Guantes	Todas las tallas (S, M, L, XL) disponibles previa petición a un asistente de laboratorio
Balde de hielo	1 por laboratorio

Para el problema P1

Equipo personal	Cantidad
Soporte universal con: - Pinza de extensión - Pinza versátil	1 2 1
Matraz Erlenmeyer esmerilado, 100 mL	1
Matraz Erlenmeyer esmerilado, 50 mL	1
Condensador de reflujo	1
Hotplate con agitación magnética	1
Plato cristalizador	1
Agitador magnético	1
Matraz Kitasato	1
Embudo Büchner con adaptador de hule	1
Bolsa con 3 piezas de papel filtro	1
Caja Petri	1
Cámara de elución de TLC, rotulada como "**TLC elution chamber**"	1
Bolsa con 3 placas TLC (con indicador de fluorescencia), rotulada con Student Code	1
Capilares para TLC (en la caja Petri)	4
Pinzas plásticas	1
Agitador de vidrio	1
Probeta, 25 mL	1
Beaker, 150 mL	2

Embudo plástico para polvo	1
Goteros plásticos desechables	2
Vial de vidrio ámbar, para muestra TLC, 1.5 mL, con tapón, rotulado como **C** y **R**	2
Vial de vidrio ámbar pesado previamente, 10 mL, con tapón, rotulado con **Student Code**	1
Policía	1

Para el problema P2

Equipo personal	**Cantidad**
Pipeta volumétrica, 10 mL	1
Pipeta graduada, 10 mL	3
Pipeta graduada, 5 mL	3
Gradilla	1
Tubos de ensayo	15
Tapón para tubos de ensayo	7
Celda para el colorímetro, camino óptico 1.0 cm	2
Beaker, 100 mL	2
Goteros plásticos desechables	15

Para el problema P3

Equipo personal	**Cantidad**
Soporte universal con pinza para bureta	1
Bureta, 25 mL	1
Embudo de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer, 100 mL	3
Matraz Erlenmeyer, 250 mL	3
Beaker, 150 mL	1
Beaker, 100 mL	2
Balón volumétrico, 100 mL, con tapón	1
Pipeta volumétrica, 50 mL	1
Pipeta volumétrica, 25 mL	1
Pipeta volumétrica, 20 mL	1
Probeta, 25 mL	1
Probeta, 10 mL	1
Probeta, 5 mL	1
Goteros plásticos desechables	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 peligrosos 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. Aquí se provee bajo el nombre de Oxone®. Adicionalmente, esta reacción se realiza en una mezcla de agua y etanol, considerados como solventes verdes.

Tu tarea será realizar la oxidación del 4-nitrobenzaldehído, recristalizar el producto, comparar eluyentes de 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** el agitador magnético en el matraz Erlenmeyer **de boca esmerilada** de 100 mL.

3. **Transfiere** los 1.51 g, previamente pesados, de 4-nitrobenzaldehído al matraz Erlenmeyer. **Añade** toda la mezcla de agua/etanol preparada previamente. **Sujeta** el matraz Erlenmeyer al soporte universal usando una pinza. **Comienza la agitación** de la mezcla, y luego **añade** los 7.87 g de Oxone® previamente pesados.

4. **Conecta** el condensador de reflujo aflojando la pinza versátil y ajustando las uniones esmeriladas (ver Figura 1). **Levanta** la tarjeta de HELP. Un asistente de laboratorio vendrá a abrir la llave del agua y encender el hotplate.

5. **Calienta** la mezcla de reacción con un reflujo suave (aproximadamente 1 gota por segundo) durante 45 minutos. La marca en el hotplate corresponde a la potencia necesaria para obtener un reflujo suave.

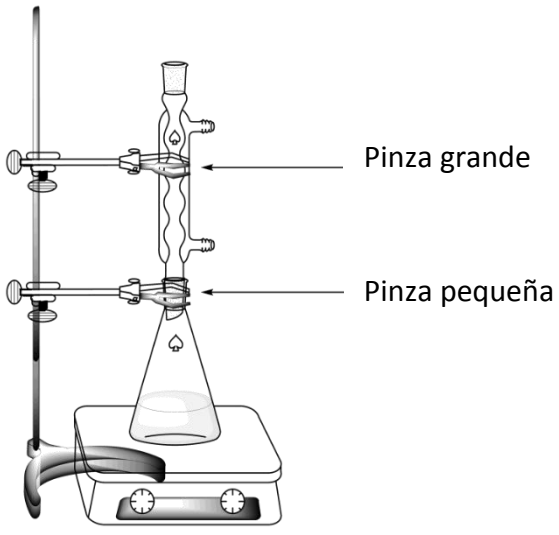


Figura 1. Montaje para calentar la mezcla de reacción bajo reflujo

6. Luego, **apaga** el hotplate. **Retira** el hotplate y **deja** enfriar la mezcla de reacción por 10 minutos. **Coloca** el sistema en baño de agua y hielo preparado en el plato cristalizador. **Dejar** reposar por 10 minutos más.

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

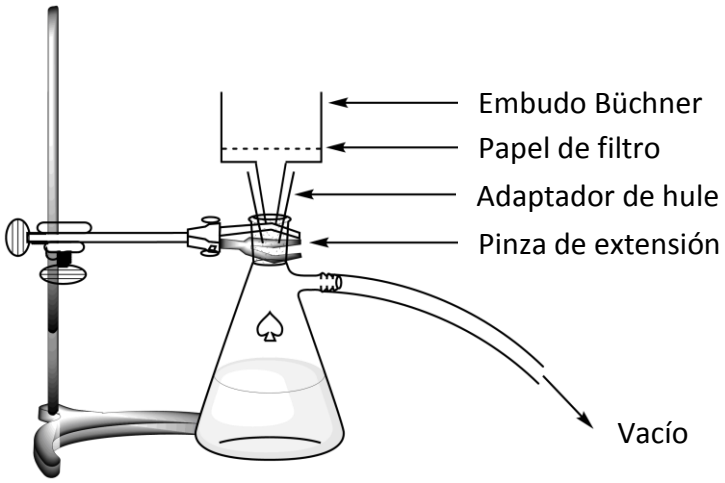


Figura 2. Sistema para la filtración al vacío

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** pre secar el sólido por lo menos 5 minutos al vacío. **Desconecta** la fuente de vacío. **Usa** la espátula pequeña para transferir una pequeña cantidad 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 Erlenmeyer de boca esmerilada de 50 mL.

12. **Desecha** el líquido filtrado en la botella "Organic Waste" y **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. **Realiza** la recristalización del producto impuro contenido en el Erlenmeyer esmerilado de 50 mL 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 el hotplate. **Añade** la cantidad que consideres necesaria de la mezcla agua/etanol por la parte superior 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 punta de espátula del producto recristalizado al vial de color ámbar de 1.5 mL, **etiquetado como R**. **Cierra** el vial y **guárdalo** para la parte III.

4. **Transfiere** el resto del producto recristalizado al vial pre pesado etiquetado con tu Código de Estudiante. **Cierra** el vial.

5. **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 del condensador.

II. Análisis por TLC

1. **Prepara la cámara de elución. Coloca** el solvente **A** en la cámara de elución, etiquetada como "TLC elution chamber", hasta aproximadamente una altura de 0,5 cm. Cúbrelo con el plato de la caja Petri. **Espera** que el solvente sature la atmósfera de la cámara de elución.

2. **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.

3. **Prepara tu TLC**. Usa un lápiz para **marcar** con mucho cuidado la línea de inicio (1 cm por encima de la base de la placa), y marca las posiciones de cada una de las 3 muestras. **Rotula** las posiciones como **S** (estándar), **C** (producto impuro), y **R** (producto recristalizado) (ver Figura 3). En la parte superior derecha de la placa, **escribe** el solvente utilizado (**Solvente A** o **Solvente B**). **Siembre** las tres muestras en las placas usando los capilares.

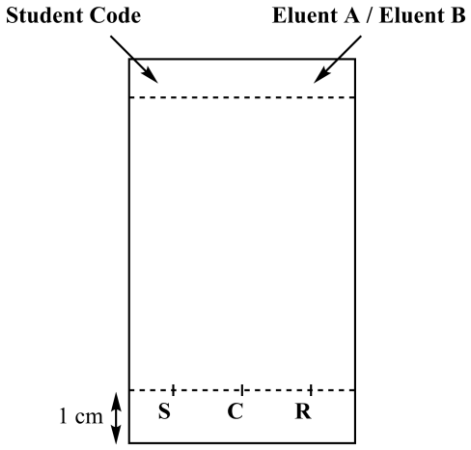


Figura 3. Preparación de una placa de TLC

4. **Realice la TLC**. Utilizando las pinzas, **introduce** la placa de TLC en la cámara de elución y **cúbrela** con el plato de la caja Petri. **Deja** eluir el solvente hasta aproximadamente 1 cm debajo del tope de la placa. **Retira** la placa, marca el frente de elución con lápiz y déjala secar al aire.

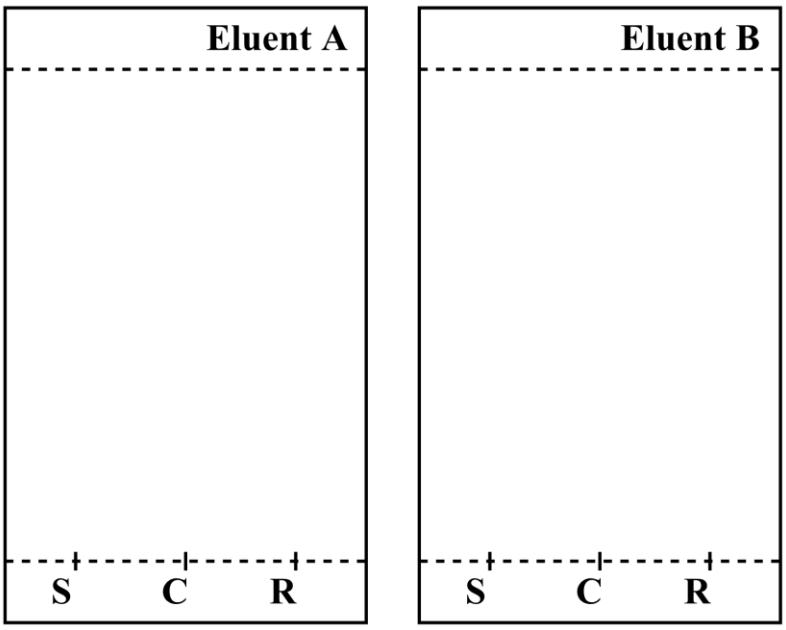
5. **Visualize la placa TLC. Coloca** la placa de TLC bajo la lámpara UV ubicada en mesa común. Con un lápiz, **encierra** con un círculo cada uno de los puntos visibles.

6. **Desecha el solvente en la botella "Organic waste".**

7. **Repite** los pasos 1, 3, 4, 5 y 6 con el solvente B.

8. **Coloca** tus placas en la bolsa etiquetada con tu Código de Estudiante.

Resultados del análisis de TLC (**completa** los bocetos con tus resultados). Puedes usar los siguientes esquemas para dibujar tus placas de TLC y responder las siguientes preguntas. Sin embargo, estos esquemas no serán evaluados.



Al finalizar el examen, tu supervisor del laboratorio tomará lo siguiente:
- El vial de vidrio etiquetado con tu **Código de Estudiante** con tu producto recristalizado.
- Las placas de TLC A y B guardadas en la bolsa etiquetada con tu Código de Estudiante

Submitted items	
Recrystallized product	□
TLC plate A	□
TLC plate B	□
Signatures	
Student	Lab Supervisor

Preguntas

1. **Proponga** la estructura del producto final de la reacción del 4-nitrobenzaldehído con el Oxone®.

2. Basado en sus resultados de la TLC, **responda** las siguientes preguntas.

- ¿Cuál solvente 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 del 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 encontrarse de manera natural en el vino. Cuando su concentración excede los 10 a 15 mg por litro, la oxidación de hierro (II) a hierro (III) puede generar pérdida de calidad, mediante la formación de precipitados. Por tanto, es necesario evaluar el contenido de hierro en el vino durante su producción.

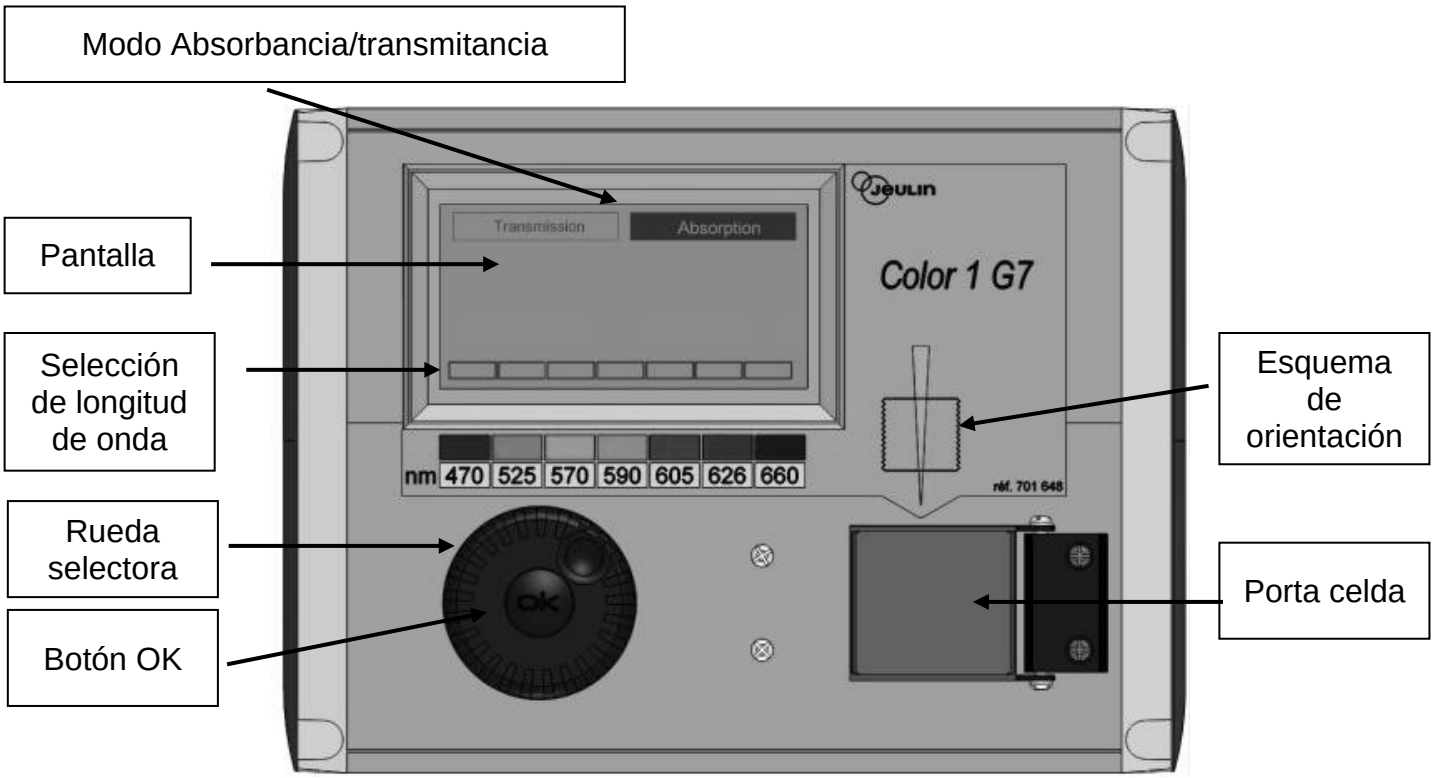
Debido a la baja concentración de las especies de hierro, se forma un complejo coloreado de hierro (III) con tiocianato SCN^- como ligando, para cuantificar la cantidad de hierro mediante mediciones espectrofotométricas.

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

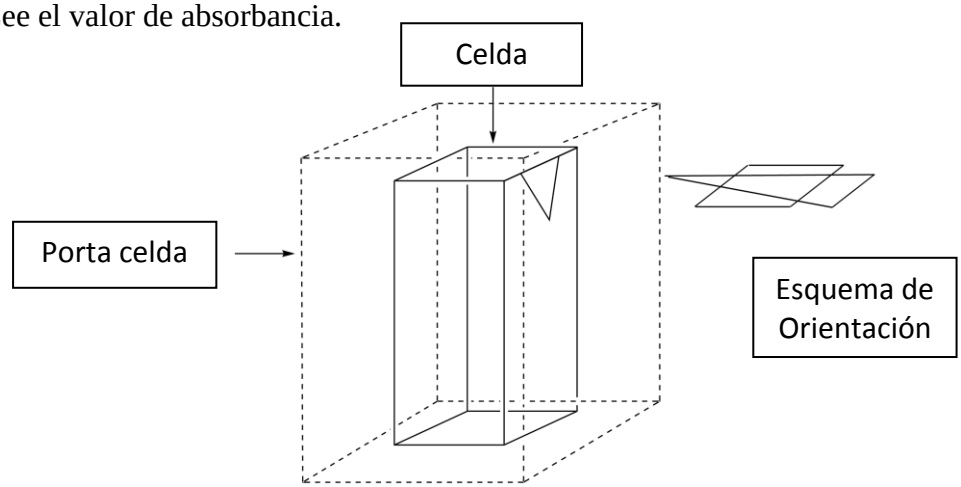
PRECAUCIÓN

- En esta prueba, has sido provisto con dos soluciones de hierro (III) y dos soluciones de tiocianato de potasio a diferentes concentraciones. Ten mucho cuidado de no confundirlas.
- Cuando las soluciones estén listas para las mediciones espectrofotométricas, registra la absorbancia a más tardar una hora luego de la adición del tiocianato.
- Cuando necesites el colorímetro, levanta tu tarjeta HELP. Un asistente de laboratorio te dará un colorímetro etiquetado. Tendrás uso exclusivo de este colorímetro hasta 15 minutos. El asistente de laboratorio lo retomará tan pronto hayas terminado o cuando los 15 minutos hayan finalizado. Si ningún colorímetro está disponible en el momento preciso, serás anotado en una lista de espera.
- Las instrucciones del colorímetro se encuentran en la siguiente página.
- Sólo puedes pedir el colorímetro tres veces para este problema.

Instrucciones para el uso del colorímetro



- Conecta el colorímetro.
- Cerciórate que "Absorbance" esté resaltado. Caso contrario, gira la rueda selectora hasta que una línea discontinua esté alrededor de "Absorbance" y presiona el botón OK.
- Gira la rueda selectora hasta que una línea discontinua esté alrededor de la longitud de onda deseada (470 nm). Presiona el botón OK.
- Coloca la celda, con una altura aproximada de 3 cm de solución de blanco, en el porta celda. Presta atención a la orientación correcta (observa el esquema de orientación en el colorímetro, el haz está en dirección de la flecha amarilla, ver la siguiente figura), y presiona la celda hasta su posición final. Cierra el porta celda.
- Gira la rueda selectora hasta que una línea discontinua aparezca alrededor de "Absorbance" y presiona el botón OK. Usando la rueda selectora, resalta "Calibration" y presiona el botón OK.
- Espere hasta que la pantalla muestre 0.00 (ó – 0.00).
- Coloca la celda, con aproximadamente 3 cm de altura de la solución a analizar, en el porta celda. Cierra el porta celda.
- 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. **Prepara** 6 tubos agregando a cada uno los volúmenes requeridos de las soluciones provistas, tal como se describe en la tabla siguiente.

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 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 desionizada	9.5 mL	8.5 mL	6.5 mL	4.5 mL		1.0 mL

2. **Tapa** los tubos y **homogeniza**. Considera que los volúmenes son aditivos.

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** y **homogeniza**.

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

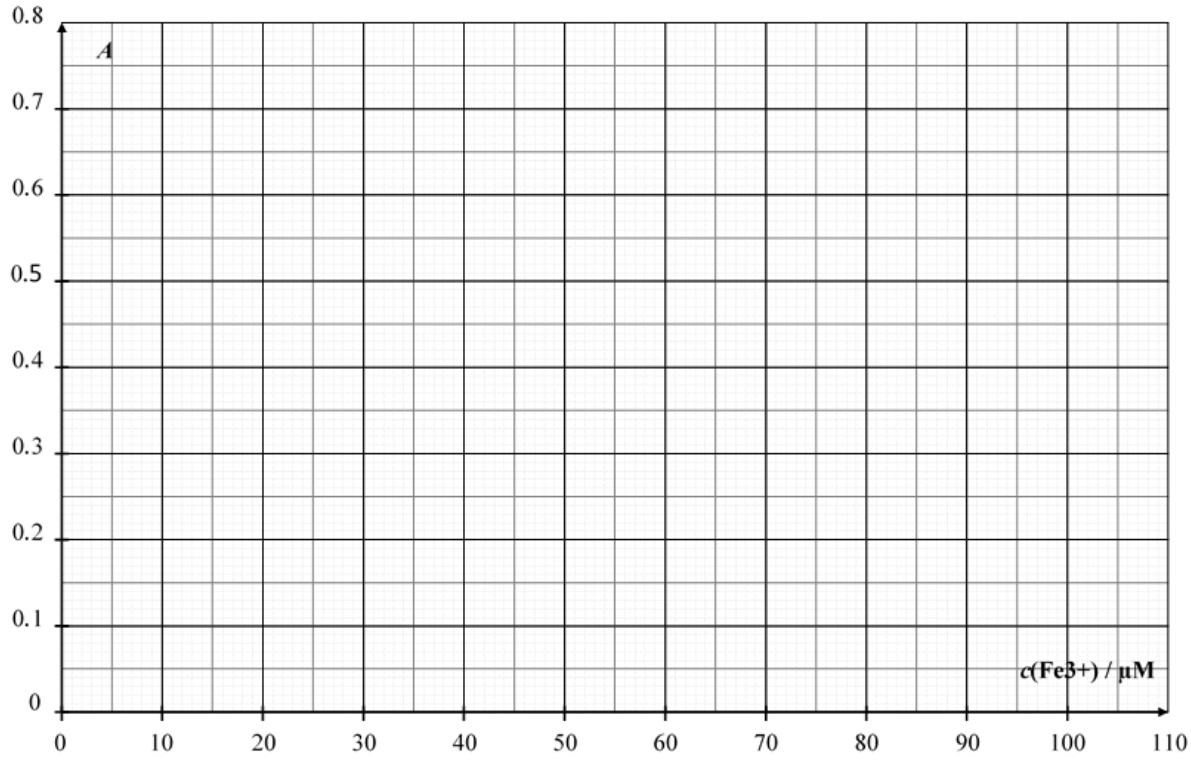
5. **Prepara** el colorímetro usando el procedimiento descrito previamente (ver página 16). **Ajuste** la longitud de onda en 470 nm. **Use** agua desionizada para el blanco.

6. **Registra** la absorbancia de cada tubo (**1** a **6**) a esta longitud de onda. **Reporta** los resultados en la siguiente tabla. **Levanta** tu tarjeta HELP para regresar el colorímetro.

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

Preguntas

1. **<u>Grafica</u>** la absorbancia *A* de los tubos **1** a **4** como función de la concentración analítica del Fe^{3+} en el tubo.



- A continuación, llene las casillas con los datos que empleará para la curva de calibración.

Tubo #	**1**	**2**	**3**	**4**
Valores de absorbancia usados para la curva de calibración.				

2. Usando el gráfico anterior y los datos escogidos, **<u>dibuje</u>** la línea recta de calibración en el gráfico anterior, **<u>determine</u>** la concentración analítica (en µmol L^{-1}) del Fe^{3+} en el tubo **5**.

$c(Fe^{3+})_{TUBO\ 5}$ = _____ µmol L^{-1}

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

3. **Calcule** la concentración, en mg por litro, del hierro en el vino blanco estudiado.

c_m**(hierro) =** _____ **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 parte I de este problema, se utilizó el color del complejo hierro (III) – tiocianato para determinar la concentración del hierro en la muestra de vino. La parte II de este problema tiene como objetivo investigar la estequiometría del complejo $[Fe_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$ (el agua de coordinación es omitida), donde *a* y *b* son enteros no mayores a 3.

Has sido provisto con las siguientes soluciones acuosas para esta parte:

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

Adicionalmente tienes tubos de ensayo (con tapones que puedes lavar y secar), pipetas graduadas, celda para espectrofotómetro, colorímetro (a petición), y cualquier otro material de tu mesa que creas útil.

1. **Llena** las primeras tres líneas de la siguiente tabla con los valores de los volúmenes que te permitirán determinar la estequiometría del complejo, mediante medidas espectrofotométricas. *No tienes que llenar todas las columnas*. **Calcula** la fracción molar del hierro (III) en cada tubo, usando la siguiente fórmula.

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

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

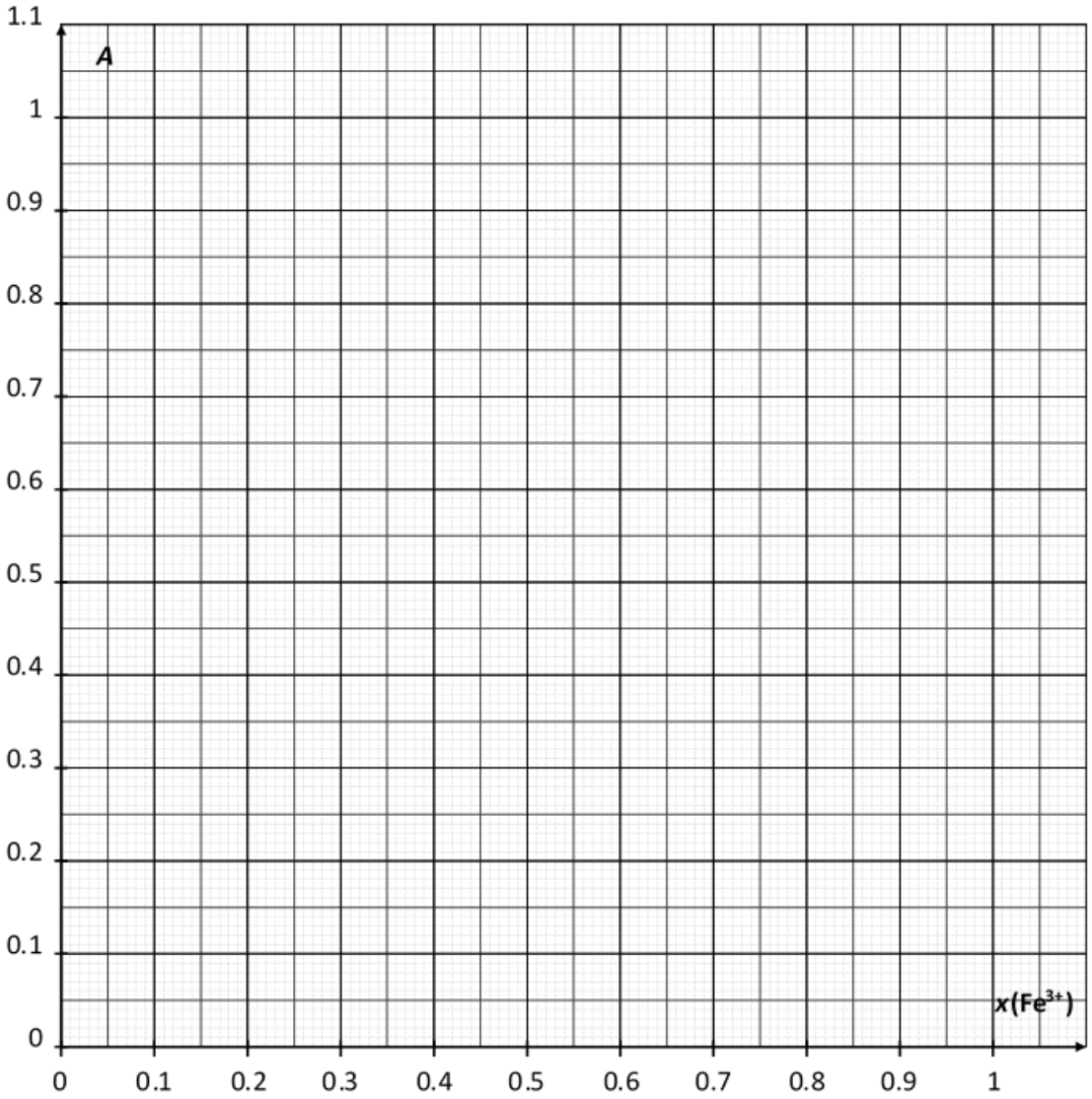
2. **Prepara** los tubos. Cuando todos los tubos estén listos, **levanta** tu tarjeta HELP para obtener un colorímetro del asistente de laboratorio.

3. **Prepara** el colorímetro usando el procedimiento descrito previamente (ver página 16). **Ajuste** la longitud de onda en 470 nm. **Use** agua des ionizada para el blanco.

4. **Registra** la absorbancia de cada tubo a ésta longitud de onda. **Reporta** los resultados en la tabla anterior.

Preguntas

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



5. Con base en los resultados de los experimentos realizados, **determine** la estequiometría del complejo $[(Fe)_a(SCN)_b]^{(3a-b)+}$.

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 la pérdida de un segundo protón.

$$SO_2 + H_2O = H^+ + HSO_3^-$$
$$HSO_3^- = H^+ + SO_3^{2-}$$

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 formas "libres" (SO_2, HSO_3^- y SO_3^{2-}) y de P.

La concentración de este preservante está regulada porque los sulfitos y el dióxido de azufre 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 disolución 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 el balón volumétrico de 100 mL, empleando toda la muestra de yodato de potasio que se te entregó y agua desionizada. Esta es la disolución **S**.

3. En un matraz Erlenmeyer de 100 mL, **añade**:
- 20 mL de la disolución **S** medidos con una pipeta volumétrica;
- 5 mL de la disolución de yoduro de potasio (0.5 M), medidos con una probeta de 5 mL;
- 10 mL de la disolución de ácido sulfúrico (2.5 M), medidos con una probeta de 10 mL.

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

5. **Llena** la bureta con la solución de tiosulfato de sodio, $Na_2S_2O_3$, usando un beaker. **Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer agitando constantemente. Cuando la solución se torne de color amarillo pálido, **añada** 10 gotas de la disolución 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 reportado de V_1 / mL	

II. Estandarización de la disolución de yodo

1. Con una pipeta volumétrica, **transfiere** 25 mL de la disolución de yodo rotulada como **I_2** a un matraz Erlenmeyer de 100 mL.

2. **Titula** el contenido del matraz Erlenmeyer con la disolución de tiosulfato de sodio. Cuando la disolución se torne de color amarillo pálido, **añada** 10 gotas de la solución de almidón (starch) y **continúe titulando** hasta que la solución se vuelva incolora. **Registra** el volumen usado como volumen V_2.

3. **Repite** el procedimiento (pasos 1-2) las veces que consideres necesario.

Análisis n°	**V_2 / mL**
1	
2	
3	
Valor reportado 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 disolución de ácido sulfúrico (2.5 M), y aproximadamente 2 mL de la disolución de almidón (starch) usando una pipeta de plástico desechable.

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 reportado de V_3 / mL	

Preguntas

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

2. **Calcula** la concentración molar de la disolución de tiosulfato de sodio. La masa molar del yodato de potasio es $M(KIO_3) = 214.0$ g mol^{-1}.

$$c(S_2O_3^{2-}) = _____ \text{ mol L}^{-1}$$

Si no pudiste calcular la $c(S_2O_3^{2-})$, puedes usar como valor $c(S_2O_3^{2-}) = 0.0500$ mol L^{-1} para el resto del problema.

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

$c(I_2)$ = _____ mol L^{-1}

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

$c_m(SO_2)$ = _____ mg L^{-1}

PENALIZACIONES

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