

Chemistry for Life,  
Chemistry for better Life



**Practical Test**  
**SPAIN**



**2006. 7. 5**  
**Gyeongsan, Korea**

## Indicaciones generales

- Tienes 5 horas para realizar el examen. Distribuye tu tiempo inteligentemente. Se sugiere que utilices aproximadamente 1 hora para el Examen Práctico N° 1 (10 puntos), 2 horas para el Examen Práctico N° 2 (15 puntos) y 2 horas para el Examen Práctico N° 3 (15 puntos).
- Escribe tu nombre y código de estudiante en cada una de las Hojas de Respuesta.
- Este examen consta de 11 páginas de enunciado y de 7 Hojas de Respuesta.
- Escribe las respuestas y los cálculos dentro de los recuadros asignados.
- Utiliza solamente el bolígrafo, la regla y la calculadora que te han dado.
- Tienes a tu disposición una versión de este examen en inglés.
- En hojas adicionales tienes algunas figuras suplementarias a las instrucciones del uso del espectrofotómetro, los cartuchos de C18 y la propipeta.
- Se te proveerá de muestra o materiales adicionales con **1 (un)** punto de penalización por cada ítem (excepto el agua destilada).
- Puedes ir al cuarto de baño pidiendo permiso.
- Luego de terminar el examen, pon todas las hojas (Enunciado y Hojas de Respuesta) en el sobre y ciérralo.
- Permanece sentado hasta que se te indique que puedes retirarte.
- Puedes llevarte contigo el estuche, el bolígrafo, la regla, la calculadora y los cartuchos de C18.

## Seguridad y eliminación de residuos

- Usa gafas de seguridad y bata de laboratorio.
- No se utilizarán productos químicos peligrosos. Todos los ácidos, bases y disoluciones de colorantes son diluidas. Sin embargo, es conveniente minimizar el contacto con la piel. En caso de contacto con la piel, sécate cualquier salpicadura con papel (Kimwipe) húmedo.
- No huelas ni respire los vapores de reactivos.
- Coloca los productos químicos utilizados en la botella de plástico rotulada "DISPOSABLE". Coloca los tubos usados y el material de vidrio roto en el recipiente rotulado "WASTE BASKET".

## Apparatos y Productos Químicos

### Test-1,2 (cesta blanca)

espectrofotómetro	1	
celda (1 cm de espesor)	1	
Cartucho C18	4	
Jeringa 10 mL	1	
Jeringa 1 mL	1	
Pipeta pasteur	3	
Pipeta 1 mL	1	
Pipeta 5 mL	1	
Propipeta (Pipet filler)	1	
Matraces 10 mL	2	
bureta	1	
Tubos de ensayo	20	
Gradilla para tubos	1	
Erlenmeyer 50 mL	1	
Vasos 100 mL	2	
Tetinas de silicona	2	
Bolígrafo 3 colores, regla	1	
Frascos lavadores	3	
Etiquetas como	Solution E NaOH solution water	33% etanol en agua Menos de 5 mM Agua destilada
Frascos de 100 mL	6	
Etiquetas como	Solution R Solution B Solution MD Solution MA KHP phenolphthalein	Colorante rojo en Solution E Colorante azul en Solution E Mezcla de B y R mezcla de ácidos; ácido acético y ácido salicílico, en agua disolución de ftalato ácido de potasio disolución al 0.05%

### Test-3 (cesta negra)

Tubos de ensayo	95	
Gradilla para tubos de ensayo	1	
Espátula	2	
Pipeta graduada de 1,5 mL (polietileno)	15	
Pinzas	1	
Marcador (para escribir sobre los tubos de ensayo)	1	
Papel para medir pH	1	
Botellas de 100 mL	3	
Etiquetas como	95% EtOH CH <sub>3</sub> CN water	etanol al 95% acetoniitrilo agua destilada
Frascos cuentagotas de 30 mL	6	
Etiquetas como	1M HCl 1M NaOH 2,4-DNPH CAN 0.5% KMnO <sub>4</sub> 2.5% FeCl <sub>3</sub>	disolución 1M de HCl disolución 1M de NaOH disolución al 3% de 2,4-dinitrofenilhidrazina disolución al 20% de nitrato cérico amónico disolución al 0.5% KMnO <sub>4</sub> disolución al 2.5% de FeCl <sub>3</sub>
viales 10 mL	7	
Etiquetas como	Set <input type="checkbox"/> U-1 Set <input type="checkbox"/> U-2 Set <input type="checkbox"/> U-3 Set <input type="checkbox"/> U-4 Set <input type="checkbox"/> U-5 Set <input type="checkbox"/> U-6 Set <input type="checkbox"/> U-7	

### Cómo usar el espectrofotómetro

El espectrofotómetro tiene tres elementos: la fuente de luz, el detector y el soporte de la celda.

La tapa que cubre la celda la debes encontrar abierta y déjala abierta. Hay una celda colocada en su sitio, con la etiqueta (label) mirando hacia la fuente de luz (Figura A; espectrofotómetro, la cara donde está la etiqueta se coloca frente a la fuente de luz). Debes mantener esta orientación de la celda durante todo el experimento. El espectrofotómetro ha sido estabilizado y está listo para ser usado. Sigue las instrucciones siguientes para hacer medidas de absorbancia.

- a) Llena la celda o cubeta (aprox. 3/4 partes) con disolución E y colócala en su compartimento del espectrofotómetro. No cierres la tapa del compartimento de la cubeta.
- b) Utilizando el ratón de la computadora, mueve el cursor al botón REFERENCE y haz click 3 veces. A continuación haz click 3 veces en MEASURE y obtendrás unas lecturas de la absorbancia próximas a cero, a 10 longitudes de onda, entre 470 y 650 nm, a intervalos de 20 nm (Figura B; Pantalla del ordenador mostrando las lecturas del espectrofotómetro).
- c) Llena la celda con una disolución problema y haz click 3 veces en MEASURE. Obtendrás las lecturas de la absorbancia de tu muestra a las mismas longitudes de onda. Recoge los valores de la absorbancia en la Tabla de la Hoja de Respuestas.

### Cómo usar los cartuchos C18

- a) El cartucho tiene una entrada (inlet) y una salida (Figura C: Lavado con una jeringa de 10 mL). La entrada tiene mayor diámetro.
- b) Para lavar o eluir, primero llena la jeringa del tamaño adecuado con el líquido y a continuación conecta la jeringa a la entrada del cartucho. A continuación, empuja el émbolo lentamente para introducir el líquido al interior del cartucho (Figura C y Figura E: elución con jeringa de 1 mL).
- c) Para cargar la muestra en la jeringa, primero ajusta la jeringa de 10 mL a la entrada del cartucho. Utilizando la pipeta de 1 mL, coloca 1,00 mL de muestra en la jeringa (Figura D: Carga de una muestra). Carga la muestra en el cartucho empujando el émbolo. Debes asegurarte que no queda nada de disolución en la jeringa, y después retira la jeringa. No debe entrar aire en el cartucho.
- d) Los cartuchos pueden ser reutilizados después de lavarlos con Disolución E.
- e) Separa la jeringa del cartucho antes de retirar el émbolo de la jeringa.

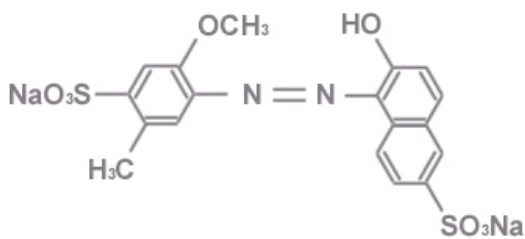
### Cómo usar la propipeta (Pipet Filler)

- f) Mover la rueda hacia abajo para llenar la pipeta y hacia arriba para descargar el líquido (Figura F).

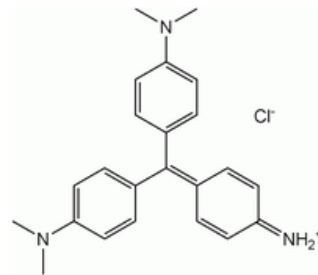
## Prueba experimental 1

### Cromatografía de fase inversa: Análisis espectrofotométrico

La separación cromatográfica seguida de análisis espectrofotométrico es una de las técnicas analíticas más frecuentemente utilizadas en los laboratorios químicos de todo el mundo. Por ejemplo, los compuestos orgánicos de una mezcla compleja, se analizan a menudo mediante cromatografía líquida de fase inversa y detección espectrofotométrica. En la cromatografía de fase inversa se utilizan las interacciones hidrofóbicas entre el material de la fase estacionaria (normalmente un grupo octadecilo) y el medio no polar del analito. Se puede simplificar el cromatograma y determinar selectivamente el compuesto de interés, mediante la elección adecuada de la longitud de onda del detector. En esta parte de la Prueba Experimental, se realizará el análisis espectrofotométrico de colorantes con y sin separación.



Food Red No. 40



Methyl Violet 2B

#### 1-1. Análisis espectrofotométrico de una mezcla de R y B en disolución.

- A. Mide la absorbancia para ambas disoluciones R ( $3,02 \times 10^{-5}$  M) y B ( $1,25 \times 10^{-5}$  M) (Fig. A y B). Rellena la tabla de la Hoja de Respuestas con sus medidas. Dibuja los espectros de absorción del colorante rojo con tinta roja y del colorante azul con tinta azul. (Figura 1-1)
- B. Repite las medidas de absorbancia para la disolución de mezcla MD. La disolución MD es una mezcla de disolución R y B en una cierta proporción. Dibuja el espectro en tinta negra en la Fig. 1-1.
- C. Basándote en la ley de Lambert-Beer, determina la concentración molar de ambos colorantes en la disolución MD, utilizando los datos de la Tabla. No

calcules la fracción del segundo colorante por sustracción de la fracción del primero a la unidad.

## 1-2. Separación cromatográfica seguida de análisis espectrofotométrico

- a) Lava el cartucho con aproximadamente 10 mL de disolución E utilizando la jeringuilla de 10 mL (Fig. C).
- b) Carga el cartucho con 1,00 mL de disolución MD (Fig. D).
- c) Lava con la disolución E utilizando la jeringuilla de 1 mL (Fig. E). Recoje la disolución eluyente a través de la salida en un matraz volumétrico de 10 mL. Repite hasta que el compuesto rojo se haya eluido y recogido por completo.
- d) Completa el volumen del matraz hasta el aforo de 10 mL con disolución E y agita. Esta disolución se llamará F.
- e) Obtén el espectro de absorción de la disolución F como en el experimento 1-1. Durante la elución ha tenido lugar una dilución. Por tanto, multiplique por 10 la absorbancia medida cuando dibuje el espectro de la disolución F. Dibuja el espectro con línea discontinua en la Fig. 1-1 con tinta roja.
- f) Diluye suficientemente la disolución R y construye una curva de calibrado a la longitud de onda que elijas para el análisis del colorante rojo (R) en la disolución F. Dibuja una curva de calibrado en la hoja de respuestas (eje-X, concentración; eje-Y, absorbancia, Fig. 1-2). Indica la longitud de onda utilizada. La curva de calibrado debe tener tres puntos además del origen. Marca la posición de la disolución F en la curva de calibrado.
- g) Indica la concentración de R en la disolución original MD.
- h) Compara esta concentración con el valor que obtuviste en el experimento 1-1 e indica la recuperación (cantidad eluida/cantidad cargada) correspondiente a la cromatografía .

## Prueba experimental 2

### Cromatografía de fase inversa: Valoración ácido-base del ácido Acético y del ácido Salicílico

El ácido acético (AA) y el ácido salicílico (SA), son ligeramente diferentes en polaridad y se pueden separar por cromatografía de fase inversa usando agua destilada como eluyente. El ácido AA se eluye primero. La cantidad total de los ácidos AA y SA en una mezcla en disolución se puede determinar por valoración. Además, los ácidos AA y SA se pueden determinar de forma separada mediante una separación cromatográfica

2-1. Determinación de la cantidad total de AA y de SA en una disolución de la mezcla de ácidos (MA)

- a) Valora un blanco de 10 mL de agua destilada con la disolución de NaOH (< 5 mM) que te han dado. Escribe la acidez del blanco que correspondería a 1 mL de agua destilada, expresada en términos de volumen de disolución de NaOH. Ten en cuenta este dato de la acidez del blanco en todos los análisis posteriores. Muestra las correcciones en tus cálculos en las Hojas de Respuesta.
- b) Valora la disolución de NaOH con 2,00 mL de la disolución estándar de KHP (hidrógeno ftalato de potasio) ( $1,00 \times 10^{-2}$  M) que te han suministrado. Repite y escribe la concentración de la disolución de NaOH. Muestra como has considerado la acidez del blanco en el cálculo de la concentración.
- c) Toma una alícuota de 1,00 mL de disolución de MA y determina la acidez total. Repite y escribe el número total de moles de AA y SA combinados en 1,00 mL de disolución de MA.

2-2. Separación por cromatografía de fase inversa y valoración

- a) Eluye un cartucho nuevo C18 con unos 10 mL de agua destilada usando una jeringa de 10 mL.
- b) Carga 1,00 mL de disolución de MA dentro del cartucho. Recolecta el líquido eluido en el tubo 1 (Fracción 1).

- c) Eluye con 1 mL de agua destilada. Recoge el eluyente en el tubo de ensayo (Fracción 2). Repite hasta que recojas 20 fracciones. Al final tendrás 20 tubos de ensayo con 1 mL de líquido aproximadamente en cada tubo.
- d) Valora la acidez en cada uno de los tubos de ensayo. Escribe el volumen de la disolución de NaOH consumida y la cantidad de ácido(s) en cada tubo de ensayo. Construye una gráfica en la Hoja de Respuestas (Fig. 2-2) mostrando la cantidad de ácido(s) en cada tubo de ensayo.
- e) Debe descontarse la acidez del blanco y del fondo (debido al lavado de materiales ácidos residuales que provienen de la columna). Al determinar la cantidad de AA eluido, desprecia los tubos que contienen solamente cantidades traza de los ácidos. Los tubos 2 y 3 contienen la mayor cantidad de AA. Calcula la cantidad total de AA eluido sumando la cantidad de AA en los tubos. De forma similar calcula la cantidad total de SA eluido. Indica, en la Fig. 2-2, que fracciones has utilizado para obtener la cantidad de cada uno de los ácidos.
- f) Calcula el porcentaje en moles de AA en la solución de MA.

## Examen Práctico N° 3

### Análisis Cualitativo de Compuestos Orgánicos

En este experimento, tu tarea es identificar siete sólidos desconocidos cuyas estructuras se encuentran entre los compuestos de la página 7 que figuran al final. Se trata de reactivos comunes en la vida diaria y de agentes valiosos en Química Orgánica. Para ello, debes realizar ensayos de reconocimiento sobre las sustancias desconocidas de acuerdo a las siguientes instrucciones y analiza los resultados.

-- Compuestos desconocidos etiquetados

Set □ U-1, Set □ U-2, Set □ U-3, Set □ U-4, Set □ U-5, Set □ U-6, Set □ U-7

#### Procedimiento:

#### *Comentarios útiles:*

- a) El peso de una espátula colmada de un sólido es aproximadamente 15~20 mg.
- b) Limpia muy bien la espátula con un Kimwipe entre cada uso.
- c) Después de agregar cada uno de los reactivos a la disolución de una muestra desconocida, mezcla muy bien el contenido y observa cuidadosamente la disolución resultante.
- d) Para obtener el total de los puntos, deberás llevar a cabo todos los ensayos y completar la tabla.

#### Ensayo 1: Prueba de solubilidad

En un tubo de ensayos agrega una espátula colmada (15~20 mg) de una muestra desconocida y 1 mL de  $\text{CH}_3\text{CN}$ . Agita el tubo e informa la solubilidad. Repite el ensayo con "1 M HCl", agua y "1M NaOH"

#### Ensayo 2: Prueba con "2,4-DNPH"

Coloca aproximadamente 15~20 mg de una muestra desconocida en un tubo de ensayo y disuélvela con 2 mL de "95% EtOH" (para las muestras solubles

en agua, disuelve aproximadamente 15~20 mg de las mismas en 1 mL en agua). Agrega cinco gotas de disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina en ácido sulfúrico concentrado y etanol 95% (rotulada “2,4-DNPH”).

### **Ensayo 3: Prueba con “CAN”**

Mezcla 3 mL de disolución de nitrato de cerio(IV) y amonio en HNO<sub>3</sub> diluido (etiquetado “CAN”) con 3 mL de CH<sub>3</sub>CN en un tubo de ensayo. En otro tubo de ensayo coloca 1 mL de la mezcla anterior y agrega aproximadamente 15~20 mg de un compuesto desconocido. (Para las muestras solubles en agua, disuelve primero aproximadamente 15~20 mg de la muestra desconocida en 1 mL de agua, y añade entonces 1 mL de “CAN”). Si hay un cambio de color en la disolución, significa que puede contener un alcohol, un fenol, o un aldehído.

### **Ensayo 4: Prueba de Baeyer**

En un tubo de ensayos disuelve aproximadamente 15~20 mg de una muestra desconocida en 2 mL de CH<sub>3</sub>CN (para las muestras solubles en agua, disuelve aproximadamente 15~20 mg de la muestra desconocida en 1 mL de agua). Añade lentamente a la disolución cinco gotas de la disolución de KMnO<sub>4</sub> al 0,5%, gota a gota mientras agitas.

### **Ensayo 5: Medida de pH**

En un tubo de ensayo disuelve aproximadamente 15~20 mg de una muestra desconocida en 2 mL de “95% EtOH” (para las muestras solubles en agua, disuelve aproximadamente 15~20 mg de la muestra desconocida en 1 mL de agua). Mide el pH de la disolución con el papel para medir pH.

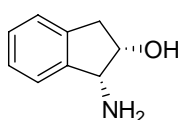
### **Ensayo 6: Prueba con hierro(III)**

Toma la disolución del ensayo 5 y agrega cinco gotas de la disolución de FeCl<sub>3</sub> al 2,5%.

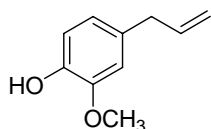
## Resultados

1. Anota los resultados de tus ensayos en la Hoja de Respuestas. Para el ensayo de solubilidad, anota "O" si es soluble, y "X" si es insoluble. Para los ensayos 2, 3 4 y 6, escribe "+" para los ensayos positivos y "-" para los ensayos negativos. Para el ensayo 5, escribe *a*, *b* y *n* para ácido, básico o neutro respectivamente.
2. Basándote en los resultados de tus ensayos, identifica las estructuras más probables para los compuestos desconocidos a partir de la siguiente lista de compuestos. Anota la letra del compuesto en la casilla apropiada.

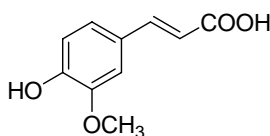
## Posibles Compuestos desconocidos



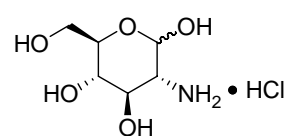
(A)



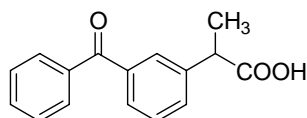
(E)



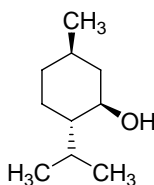
(F)



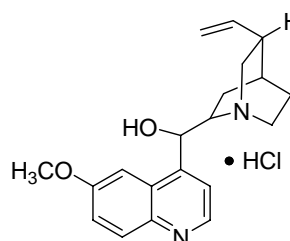
(G)



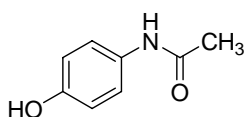
(K)



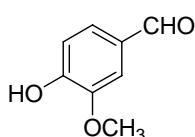
(M)



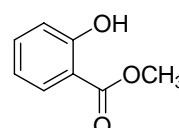
(Q)



(T)



(V)



(W)