

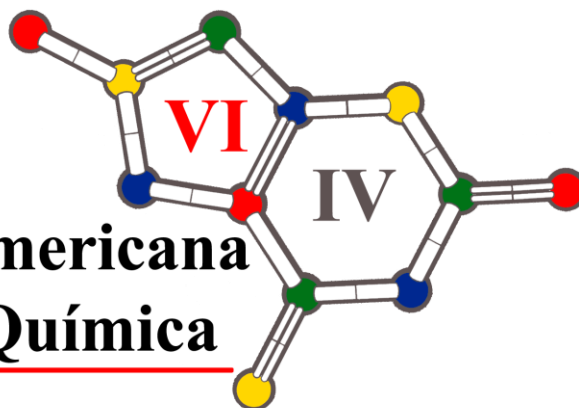
**VI OIMPIADA CENTROAMERICANA DE QUÍMICA
PRUEBA EXPERIMENTAL**

Formulario de respuestas

PRUEBA 2. QUIMICA ANALITICA

**VI Olimpiada Centroamericana
y IV del Caribe de Química**

Costa Rica, 2012



CODIGO DEL ESTUDIANTE: _____

PROFESOR APLICADOR RESPONSABLE: _____

Total de puntos: 33

Puntos obtenidos: _____

Código del estudiante:

Prueba Experimental 2

Valoración de un ácido

Código del estudiante: _____ Puntos

Puntos totales: 33

--

SECCION 1. DATOS EXPERIMENTALES (20p)

Cuadro 1. Volúmenes de Hidróxido de sodio consumidos por la muestra de vinagre

Repetición	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
Volumen inicial mL NaOH			
Volumen final mL NaOH			
Volumen consumido mL NaOH			
Firma del Profesor encargado			

Analice los volúmenes obtenidos y escriba el volumen que utilizará para realizar los cálculos posteriores:_____ (20p)

Código del estudiante:

SECCION 2. CÁLCULOS Y RESULTADOS (4 puntos)

Nota: todos los valores deben ser reportados con el número correcto de cifras significativas.

2.1. Calcule la concentración molar de la muestra.

Molaridad de NaOH: 0,1338 M

Densidad del vinagre: 1,00 g/mL

Molaridad del analito (2p)

Espacio asignado para cálculos

2.2. Calcule la concentración en masa del analito

% m/m (2p)

Código del estudiante:

Espacio asignado para cálculos



SECCION 3. ANÁLISIS (9 puntos)

3.1 En el primer paso del procedimiento, qué ocurriría con la cantidad de titulante si en lugar de agregar 50 mL de agua se agregan 100 mL. Marque su respuesta con una equis (X).

Se consume más () Se consume menos () Se consume igual ()

2 puntos

Justifique su respuesta.



Código del estudiante:

3.2 ¿Se puede evaluar la precisión con una sola medición? Explique

2 puntos

3.3 Si en lugar de titular el ácido acético, tituláramos un ácido diprótico hasta el segundo protón, ¿cómo afectaría la cantidad de titulante necesario para alcanzar el punto final? Marque su respuesta con una equis (X).

Se consume la mitad () Se consume el doble () Se consume igual ()

1 puntos

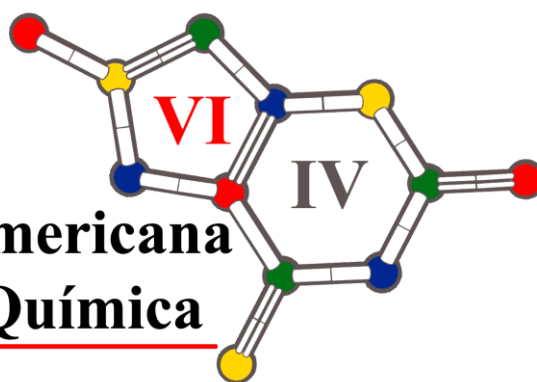
3.4 Escriba la ecuación de neutralización del ácido acético e hidróxido de sodio. (2 puntos) Una vez agregadas cantidades equimolares de ácido y base, cuál es el pH de la disolución: neutra, ácida o alcalina (básica). Explique (2 puntos)

4 puntos

VI OLIMPIADA CENTROAMERICANA DE QUÍMICA PRUEBA EXPERIMENTAL

**VI Olimpiada Centroamericana
y IV del Caribe de Química**

Costa Rica, 2012



Tiempo máximo: 4 horas

VI Olimpiada Centroamericana de Química, 2012

Prueba Experimental

Costa Rica 2012

Instrucciones Generales:

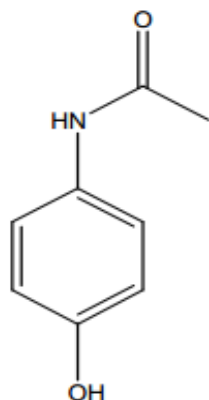
- I. Lea cada una de las instrucciones antes de iniciar el examen. La prueba debe realizarse en completo silencio.
- II. Durante la prueba puede utilizar: calculadora **no programable**, lápiz, lapicero azul o negro con tinta indeleble, borrador y corrector. No se permite el uso de lapicero rojo. **Sólo se admitirá reclamos en aquellas pruebas que estén resueltas en su totalidad con tinta indeleble de color azul o negro.**
- III. No se permite el préstamo de ningún tipo de material durante la realización de la prueba.
- IV. Las respuestas (o procedimientos) escritas con lápiz o corregidas con corrector líquido o de papel, no será objeto de reclamo y anulan toda posibilidad de reclamos en cualquier parte del examen.
- V. Esta prueba consta de dos partes, la primera es un procedimiento de laboratorio que deberá realizar para responder la segunda parte que corresponde al reporte de laboratorio. Ambas deben ser resueltas dentro del laboratorio y en el tiempo estimado.
- VI. Usted cuenta con cuatro horas en total para hacer su trabajo experimental y completar el formulario de respuestas. Tiempo que empezará a partir del momento en que el instructor se lo indique.
- VII. Una vez que ingrese al laboratorio debe de portar la gabacha de seguridad (bata de laboratorio) bien abotonada y en la medida de lo posible debe ser de manga larga, solo puede quitársela al abandonar el recinto. A partir de este momento es obligatorio usar los lentes de seguridad.
- VIII. No debe de manipular reactivos que no se encuentren dentro de los estipulados en este documento.
- IX. En caso de alguna situación de riesgo o accidente notifique al profesor de laboratorio o al asistente de ventanilla de inmediato.
- X. En caso de requerir guantes de seguridad solicítelos al instructor de laboratorio.

Prueba Experimental 1

Separación de compuestos orgánicos

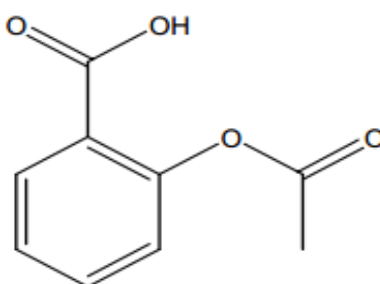
INTRODUCCIÓN

La aspirina, el acetaminofén y la cafeína son compuestos orgánicos utilizados en medicamentos analgésicos. Estos compuestos tienen diferente afinidad a los solventes dependiendo de la polaridad y, en el caso de disoluciones acuosas, su solubilidad se ve afectada por el pH.



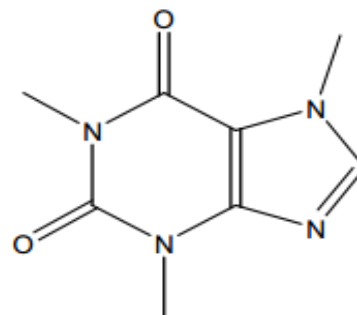
Acetaminofén

Masa molar: 151,17 g/mol
Punto de fusión 169 °C
pKa ~ 9
Sol. en éter 5 g/100 mL
Sol. en diclorometano
~ 0,27 g/100 mL



Aspirina

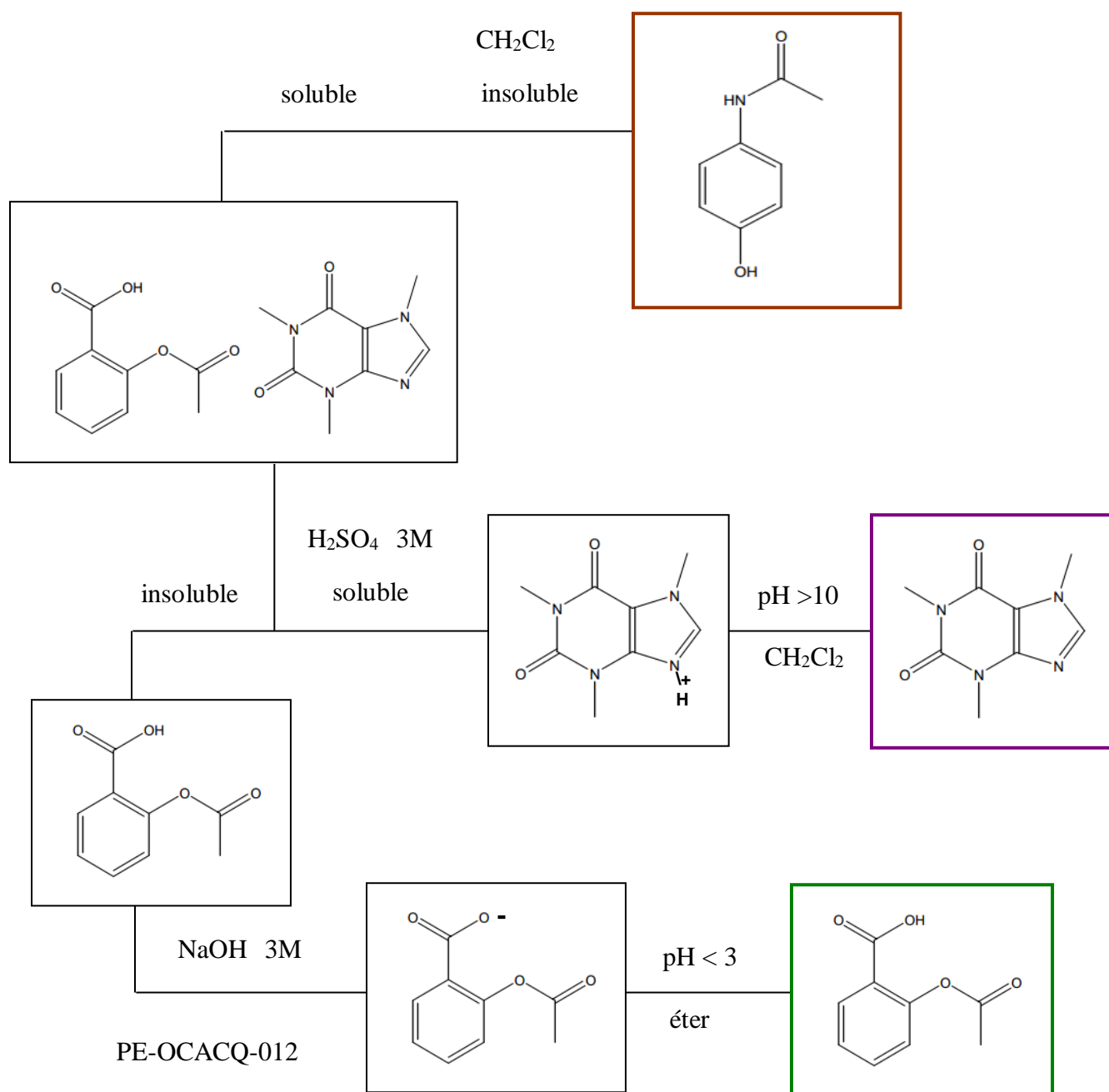
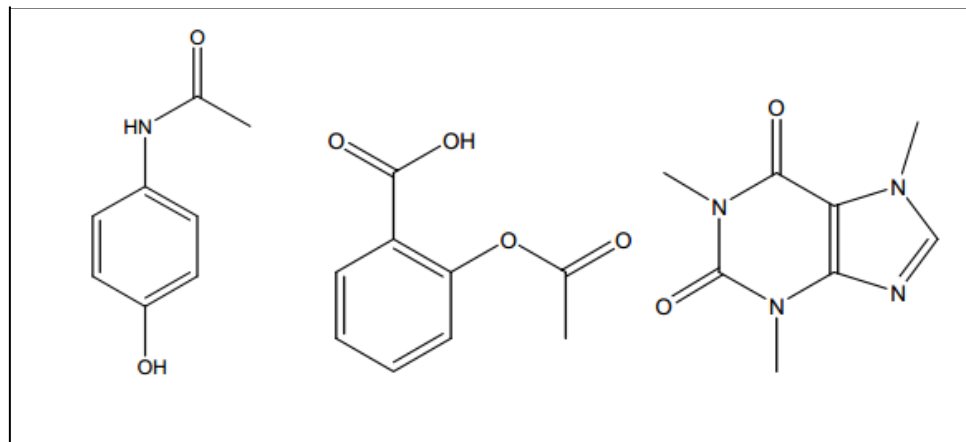
Masa molar: 180,16 g/mol
Punto de fusión 135 °C
pKa ~ 3
Sol. en éter 7,7 g/100 mL
Sol. en diclorometano
~ 6 g/100 mL



Cafeína

Masa molar: 194,19 g/mol
Punto de fusión 227 °C
pKa ~ 10
Sol. en éter 0.2 g/100 mL
Sol. en diclorometano
~ 18.2 g/100 mL

Figura 1: Esquema de separación para la separación de la mezcla.



OBJETIVO

El estudiante deberá separar una mezcla de composición incógnita de los compuestos mencionados anteriormente. Para ello, hará uso de un embudo separador, solventes orgánicos y soluciones acuosas de diferente pH. El estudiante deberá reportar la composición porcentual de cada compuesto presente en la mezcla.

FUNDAMENTO TEÓRICO

La pK_a es el logaritmo negativo de la constante de disociación ácida de un ácido débil

$$pK_a = - \log K_a$$

Donde K_a está relacionado con la facilidad de los ácidos débiles a disociarse. Una forma conveniente de expresar la relativa fortaleza de un ácido es mediante el valor de su pK_a , la cual expresa en cambios pequeños de pK_a , los cambios grandes asociados a variaciones de K_a . Valores pequeños de pK_a equivalen a valores grandes de K_a ; por lo tanto, valores pequeños de pK_a indican que la fortaleza del ácido aumenta. En una base débil ocurre lo contrario, su fortaleza aumenta cuanto mayor es la pK_a de su ácido conjugado. La solubilidad de compuestos ácidos aumenta cuando se encuentran en soluciones básicas y la de los compuestos básicos aumenta en soluciones ácidas.

Por lo tanto, la aspirina que tiene una pK_a relativamente baja en comparación al acetaminofén o la cafeína, será soluble en un medio básico o alcalino. En el caso del acetaminofén o la cafeína, estos tenderán a ser más solubles en medios ácidos. Por tal motivo, para separar una mezcla de acetaminofén y cafeína, se debe recurrir a la diferente solubilidad que tienen estos compuestos en solventes como el diclorometano (CH_2Cl_2), en donde el acetaminofén es insoluble mientras la cafeína si lo es.

EQUIPO

1 probeta de 100 mL
1 probeta de 10 mL
3 Erlenmeyer (matraz) de 250 mL
1 Embudo Büchner
1 Kitasato
1 Espátula
Papel filtro rápido
3 Cápsulas de porcelana
1 Embudo separador (embudo de decantación)
1 Embudo espiga corta
1 Triángulo
1 Trípode
1 Recipiente (Baño María)
1 gotero
1 pinza (tenazas) para cápsulas de porcelana
1 varilla de vidrio (policia)
1 vidrio de reloj

REACTIVOS

Diclorometano (CH_2Cl_2)
Éter etílico ($\text{H}_3\text{CCH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$)
Ácido sulfúrico 3M (H_2SO_4 ac)
Hidróxido de sodio 3 M (NaOH ac)
Ácido clorhídrico concentrado (HCl ac)
Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4)

CARACTERÍSTICAS Y MEDIDAS DE SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS A UTILIZAR

Cuadro 1. Características físico-químicas de algunos reactivos a emplear en el experimento

Nombre	Fórmula molecular	Masa Molar (g/mol)	Densidad (g/cm ³)	Pto. Ebullición (°C)	Solubilidad en agua (g/100mL)*	Frases R y S
Diclorometano	CH ₂ Cl ₂	84,93	1,33	39,6	1,3	R: 40 S: 23/24/25/36/37
Acido Clorhídrico	HCl	36,45	1,19	48	Miscible	R: 23/35 S: 26/36/37/39
Acido Sulfúrico**	H ₂ SO ₄	98,08	1,84	337	Miscible	R: 35 S: 126/37/39
Hidróxido de sodio**	NaOH	40,0	2,10	1 390	111	R: 35 S: 26/37/39
Éter etílico	H ₃ CCH ₂ OCH ₂ CH ₃	74,12	0,713	34,6	6,9	R: 12/19/22/66/67 S: 16/29
Sulfato de sodio anhidro	Na ₂ SO ₄	142,04	2,68	844	1,80	No Especificado

*La solubilidad está dada a 20°C

** Los valores están dados para sustancias puras.

MEDIDAS DE SEGURIDAD

Los lentes de seguridad y la gabacha (bata de laboratorio) deben ser empleados en todo momento.

No se permite el consumo de alimentos ni bebidas dentro del laboratorio

Si un ácido o base entra en contacto con la piel y ojos, lave vigorosamente con agua. Informe al instructor de laboratorio.

Los desechos acuosos se descartan directamente en la pila (tina). Los desechos orgánicos se descartan en recipientes destinados para ese fin.

FRASES R y S

Frases R

R12 Extremadamente inflamable.

R19 Puede formar peróxidos explosivos.

R22 Nocivo por ingestión.

R23 Tóxico por inhalación.

R35 Provoca quemaduras graves.

R40 Posibles efectos cancerígenos.

R66 La exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel

R67 La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo

Frases S

S16 Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas

S23 No respirar los gases/humos/vapores/aerosoles.

S24 Evítese el contacto con la piel

S25 Evítese el contacto con los ojos.

S26 En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua.

S29 No tirar los residuos por el desagüe.

S30 No echar jamás agua a este producto.

S36 Úsese indumentaria protectora adecuada.

S37 Úsense guantes adecuados.

S39 Úsese protección para los ojos/la cara.

PROCEDIMIENTO

1. Pese aproximadamente 1,00 g de la muestra de composición incógnita que se le entregó. Anote en el formulario de respuestas el resultado y solicite la **firma** del profesor encargado de laboratorio.
2. Coloque la muestra en un Erlenmeyer (matraz) de 250 mL y agregue 25 mL de diclorometano.
3. Coloque la mezcla sobre la plancha calentadora ubicada en la campana de extracción y caliente por 2 minutos (**CUIDADO**: El diclorometano es inflamable).
4. Prepare el sistema de filtración al vacío, para ello utilice de guía el esquema que se muestra en la *figura 2*. Filtre la mezcla en tibio.

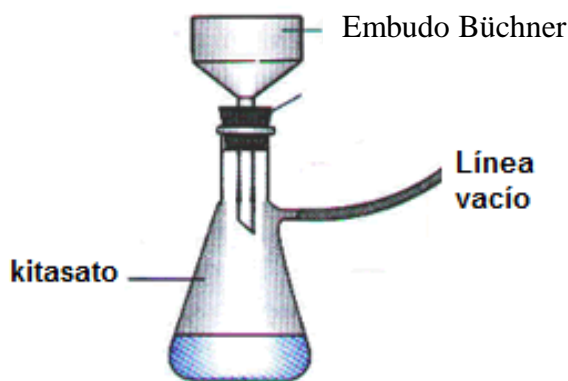


Figura 2. Embudo Büchner y Kitasato. Sistema de Filtración

5. Enjuague el Erlenmeyer (matraz) con aproximadamente 3 mL de diclorometano y agregue el líquido sobre el sólido contenido en el embudo Büchner, continúe la filtración.
6. Finalizada la filtración, coloque el sólido en una cápsula de porcelana previamente pesada y séquela sobre la plancha calentadora ubicada en la campana de extracción, por aproximadamente 5 minutos, una vez seca, retírela de la campana y déjela enfriar a temperatura ambiente, anote en el formulario de respuestas la masa. Solicite la **firma** del profesor encargado.

7. Transfiera el líquido del Kitasato a un embudo separador (embudo de decantación) y agregue 10 mL de H_2SO_4 3 M. Agite con cuidado, abriendo la llave del embudo separador para equilibrar la presión (ver proceso en el esquema de la *figura 3*). Transfiera la fase acuosa a un Erlenmeyer (matraz) y rotúlelo como *extractos ácidos*.

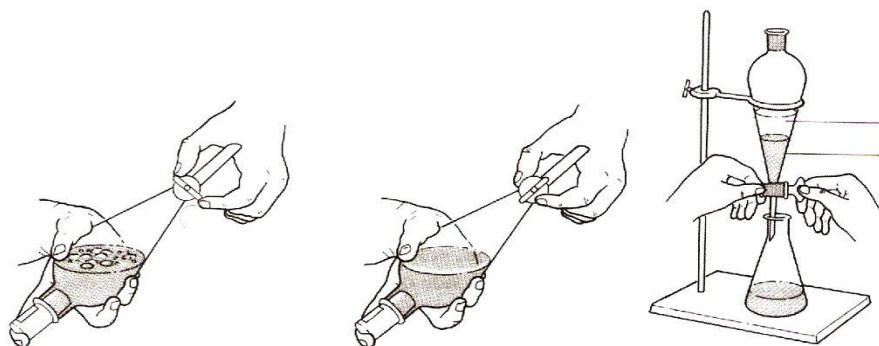


Figura 3. Manejo del embudo separador (embudo de decantación)

8. Agregue nuevamente 10 mL del ácido a la capa orgánica y separe nuevamente las capas uniando los extractos ácidos en el Erlenmeyer (matraz) rotulado como *extractos ácidos*. Coloque el matraz que contiene los extractos ácidos en reposo para usarlos posteriormente.
9. Lave y escurra el embudo separador, el Kitasato y el embudo Büchner.
10. Extraiga la capa orgánica en el embudo separador con 10 mL. de NaOH 3M. Transfiera los extractos acuosos básicos a un Erlenmeyer (matraz) limpio y rotúlelo como *extractos básicos*.
11. Agregue nuevamente 10 mL de la base a la capa orgánica y separe nuevamente las capas uniando los extractos básicos en el Erlenmeyer (matraz) rotulado como *extractos básicos*. Coloque el matraz que contiene los extractos básicos en reposo para usarlos posteriormente.

12. Vierta los *extractos ácidos* al embudo separador y añada 15 mL de diclorometano. Agregue gota a gota NaOH 3M al embudo hasta que el pH de la parte acuosa se encuentre arriba de 10 (mida este valor con papel de pH Universal).
13. Agite suavemente la mezcla, liberando presión. Permita que las fases se separen.
14. Vierta la capa orgánica en un Erlenmeyer que contenga aproximadamente 2 g de Na₂SO₄ anhidro. Filtre la disolución por gravedad recolectando el filtrado en una cápsula de porcelana limpia y seca, previamente pesada. Evapore el disolvente utilizando la plancha calentadora, determine y anote en el formulario de respuestas la masa del sólido obtenido. Solicite la **firma** del profesor encargado.
15. Lave y escurra el embudo separador.
16. Agregue los *extractos básicos*, al embudo separador y añada 15 mL de éter etílico. Adicione gota a gota, HCl concentrado al embudo hasta que la parte acuosa tenga un pH menor a 3 (mida este valor con papel de pH Universal). Agite la mezcla suavemente, libere presión y separe las capas. (**CUIDADO**: El éter etílico es inflamable y el HCl produce gases corrosivos).
17. Transfiera la capa orgánica en un Erlenmeyer que contenga aproximadamente 2 g de Na₂SO₄ anhidro. Filtre la disolución por gravedad recolectando el filtrado en una cápsula de porcelana limpia y seca, previamente pesada. Evapore el disolvente, determine y anote en el formulario de respuestas la masa del sólido obtenido. Solicite la **firma** del profesor encargado.
18. Con base en los datos recolectados complete el formulario de respuestas que se adjunta a continuación.

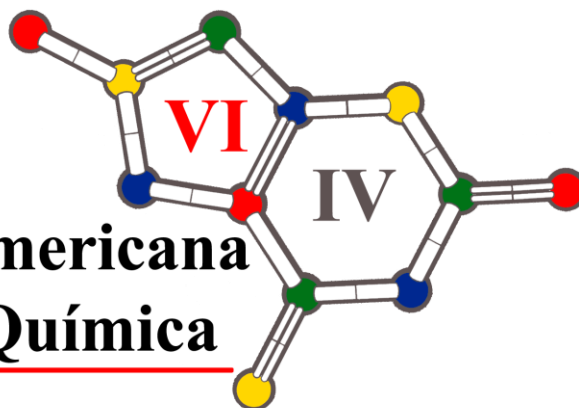
**VI OIMPIADA CENTROAMERICANA DE QUÍMICA
PRUEBA EXPERIMENTAL**

Formulario de respuestas

PRUEBA 1. QUIMICA ORGANICA

**VI Olimpiada Centroamericana
y IV del Caribe de Química**

Costa Rica, 2012



CÓDIGO DEL ESTUDIANTE: _____

Total de puntos: 36

Puntos obtenidos: _____

Código del Estudiante:

Prueba Experimental 1

Separación de compuestos orgánicos

Código del alumno: _____ Puntos

--

SECCION 1. DATOS EXPERIMENTALES (15 puntos)

Cuadro 1. Masa de la muestra incógnita pesada por diferencia.

Medición	Masa en gramos
Masa de la muestra	

Firma del Profesor: _____

Cuadro 2. Masas finales de cada compuesto después de la separación **15 puntos**

Dato / Compuesto	Acetaminofén	Cafeína	Aspirina
Masa de la cápsula de porcelana (g)			
Masa de la cápsula de porcelana + muestra (g)			
Masa de la muestra (g)			
Firma del Profesor encargado			

Código del Estudiante:

SECCION 2. CÁLCULOS Y RESULTADOS (12 puntos)

NOTA: Recuerde que todos los resultados deben ser reportados con el número correcto de cifras significativas.

2.1. Calcule el porcentaje en masa de cada uno de los compuestos separados durante el experimento **3 puntos**

% m/m Acetaminofén	% m/m Cafeína	% m/m Aspirina

Espacio asignado para cálculos

Código del Estudiante:

2.2. Calcule los moles de cada uno de los compuestos separados de la mezcla inicial y su porcentaje respectivo respecto a los moles de la mezcla final

3 puntos

Moles de Acetaminofén	Moles de Cafeína	Moles de Aspirina

3 puntos

% molar respecto a la mezcla final	% molar respecto a la mezcla final	% molar respecto a la mezcla final

Espacio asignado para cálculos

--

Código del Estudiante:

2.3. Masa total de la muestra recuperada experimentalmente y su porcentaje de recuperación

3 puntos

Masa total de la muestra recuperada (1p)	% de recuperación (2 p)
--	-------------------------


Espacio asignado para cálculos:

Código del Estudiante:

SECCION 3. ANÁLISIS (9 puntos)

3.1 Escriba la estructura de la base conjugada de la aspirina

1 punto



3.2 En la técnica de extracción con embudo separador (embudo de decantación), cite tres propiedades que deben tener los disolventes para poder ser empleados en la separación.

3 puntos



Código del Estudiante:

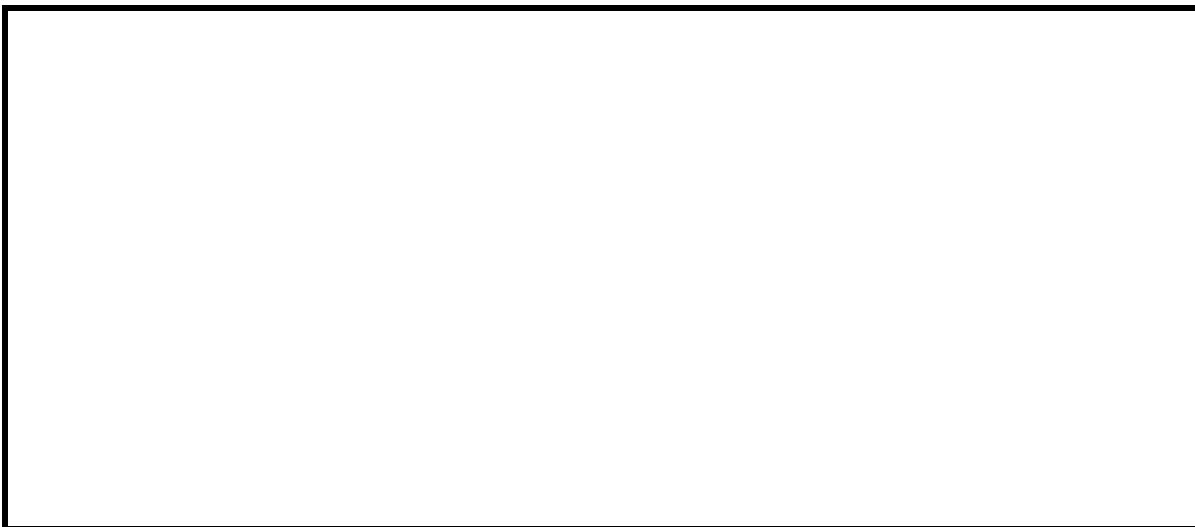
3.3 ¿Cuál es la función del sulfato de sodio empleado en la separación de la aspirina?

1 punto

A large, empty rectangular box with a black border, intended for the student to write their answer to question 3.3.

3.4 Explique por qué el éter etílico y el diclorometano, a pesar de tener una masa molar cuatro veces superior a la del agua, tienen un punto de ebullición muy por debajo de esta.

1 puntos

A large, empty rectangular box with a black border, intended for the student to write their answer to question 3.4.

Código del Estudiante:

3.5 ¿Se podría remplazar el NaOH por $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ para subir el pH de los extractos ácidos?

SI ()

NO ()

3 puntos

Justificación (2p)

Prueba Experimental 2

Valoración de un ácido

INTRODUCCIÓN

La **valoración** o **titulación** es una técnica cuantitativa que permite conocer la concentración desconocida de una sustancia llamada *analito* a partir de otra sustancia con concentración conocida (disolución patrón) que generalmente se le conoce como *titulante* o *valorante*. Para ello, un volumen conocido del *analito* es colocado en un Erlenmeyer (matraz) junto con un indicador que señala el punto final de la titulación. El punto final se obtiene luego de agregarle una cantidad cuantificada del reactivo de concentración conocida, se observa un cambio en una de las propiedades de la disolución (cambio de color, aparición de un precipitado, fenómenos de conducción eléctrica, entre otros). También se debe conocer la estequiometría de la reacción entre el *analito* y el *titulante* para así poder determinar la relación molar entre estos.

Una aplicación de esta técnica analítica es la cuantificación del ácido acético en el vinagre, cuya estructura se muestra en la figura 1.

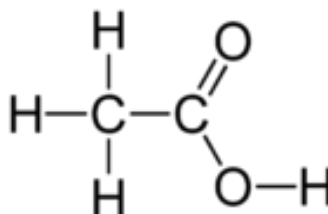


Figura 1. Molécula de ácido acético

OBJETIVO

El estudiante deberá analizar por triplicado una disolución acuosa de ácido acético de concentración desconocida empleando como titulante una disolución de hidróxido de sodio estandarizada. El estudiante deberá reportar la concentración del ácido acético en mol/L y % en masa.

EQUIPO

1 Pipeta 25 mL
1 Bureta 50 mL
3 Erlenmeyers 250 mL
1 Beaker de 50 mL
1 Beaker de 250 mL

REACTIVOS

Disolución de NaOH de concentración conocida.
Fenolftaleína
Muestra de vinagre.

CARACTERÍSTICAS Y MEDIDAS DE SEGURIDAD DE LOS REACTIVOS A UTILIZAR

Cuadro 1. Características físico-químicas de algunos reactivos a emplear en el experimento

Nombre	Formula molecular	Masa Molar (g/mol)	Frases R y S
Ácido acético	CH ₃ CO ₂ H	60,05	R: 10/35 S: 23/26
Hidróxido de sodio	NaOH	40,00	R: 35 S: 26/37/39

Nota: Valores reportados para sustancias puras.

MEDIDAS DE SEGURIDAD

- Los lentes de seguridad deben ser empleados en todo momento.
- No se permite el consumo de alimentos ni bebidas dentro del laboratorio
- Si un ácido o base entra en contacto con la piel y ojos, lave vigorosamente con agua. Indíquelo a su instructor de laboratorio.
- Los desechos acuosos se descartan directamente en la pila (tina) una vez neutralizados.

FRASES R y S

Frases R

R10 Inflamable.

R35 Provoca quemaduras graves

Frases S

S23 No respirar los gases/humos/vapores/aerosoles.

S26 En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua.

S37 Úsenle guantes adecuados.

S39 Úsele protección para los ojos/la cara.

PROCEDIMIENTO

1. Transfiera cuantitativamente con una pipeta, 5,00 mL de la muestra de vinagre en un Erlenmeyer (matraz) de 250 mL. Agregue 50 mL de agua destilada junto con tres gotas de indicador de fenolftaleína al Erlenmeyer.
2. Llene la bureta de 50 mL con una disolución de NaOH de concentración conocida.
3. Titule (valore) la muestra.
4. Apunte en el formulario de respuestas el volumen de titulante empleado y solicite la **firma** del profesor encargado de laboratorio.
5. Vuelva a llenar la bureta de ser necesario y repita el proceso de titulación dos veces más, solicitando la **firma** del profesor en cada repetición.