



XVII Olimpiada Iberoamericana de Química

Examen Práctico



Experimento No.1**Puntaje: 20%**

	1.1 - 1.12	1.a	1.b	1.c
46 Marcas	30	6	7	3

Síntesis de $[\text{Co}(\text{en})_2(\text{ox})]\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$

Los complejos de cobalto fueron históricamente los primeros en ser estudiados, y a partir de allí un sin número de estos compuestos han sido sintetizados, con el ion metálico central en sus estados de oxidación II o III. Esta versatilidad del Co como ion central permite la posibilidad de un intercambio sistemático de ligandos de forma tal de obtener series en las cuales los ligandos originales pueden ser intercambiados uno a uno por otro de interés y así poder estudiar también, de manera sistemática, los cambios en las propiedades químicas y físicas de estos compuestos. La sistemática de estos cambios permite la elaboración de modelos y teorías.

En este experimento sintetizarás uno de los compuestos perteneciente a una serie.

Procedimiento:

- 1) Transfiere el total del sólido contenido en el frasco rotulado “**Acetato de Co**” (contiene 4,00 g de $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) a un Erlenmeyer de 100 mL. Agrega 20 mL de agua destilada.
- 2) Por otro lado, transfiere el total del contenido del frasco rotulado “**Ac. Oxálico**” (contiene 3,00 g de ácido oxálico dihidrato ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)) a un vaso de precipitados de 100 mL y agrega 25 mL de solución de etilendiamina ($\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$) $1,7 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (frasco rotulado “**Etilendiamina 1,7 M**”).
- 3) Calienta la solución de acetato de cobalto hasta $60 \text{ }^\circ\text{C}$ y la mezcla de ácido oxálico-etilendiamina hasta $70 \text{ }^\circ\text{C}$.
- 4) Vierte la solución de ácido oxálico-etilendiamina en el Erlenmeyer que contiene la de cobalto y calienta la mezcla resultante hasta los $80 \text{ }^\circ\text{C}$. Una vez llegada a esa temperatura, agrega de una sola vez 2,0 g de PbO_2 (contenido en un tubo de ensayos rotulado “**PbO₂, 2g**”). Agitar rápidamente para homogeneizar el sistema.
- 5) Hierve suavemente la solución resultante durante 30 min, agitando periódicamente. Después de los primeros 10 minutos agrega otros 0,4 g de PbO_2 y luego de 20 min otros 0,4 g (contenidos en dos tubos de ensayos rotulados “**PbO₂, 0,4 g**”).
- 6) Deja enfriar la solución hasta temperatura ambiente (puedes acelerar el enfriamiento colocando el Erlenmeyer en un baño de hielo una vez que se haya entibiado un poco, pero asegúrate de no enfriar por debajo de temperatura ambiente!). Añade 2,0 mL de solución de H_2SO_4 $10 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ (rotulado “**H₂SO₄ 10 M**”) y homogeneízala bien. Filtra la solución utilizando un embudo Büchner y trompa de vacío (*Figura 1*). Enjuaga el Erlenmeyer un par de veces con agua

- 7) destilada (ino más de 2 mL en total!). Descarta el papel de filtro con el sólido retenido en los recipientes puestos a tal propósito en el laboratorio.
- 8) En una probeta mide 30,0 mL de agua destilada y transfíerelo a un vaso de 100 mL. Marca cuidadosamente el nivel del líquido con un marcador indeleble. Descarta el agua. Transfiere el filtrado del Kitasato al vaso marcado. Enjuaga el Kitasato con muy pequeñas porciones de agua destilada agregando estas aguas de lavado al mismo vaso, para evitar pérdidas de producto (ino más de 2 mL en total!). Agrega con probeta 5 mL de solución de HCl 10 mol.L⁻¹ (rotulado "**HCl 10 M**"). Calienta la solución obtenida evitando la ebullición (puede liberar burbujas de tanto en tanto), y evapora hasta llegar a la marca de 30 mL.
- 9) Enfría la solución hasta casi temperatura ambiente y luego en baño de hielo. Agita periódicamente la solución para inducir y facilitar la precipitación del compuesto sintetizado.
- 10) Filtra los cristales obtenidos a presión reducida con el embudo Büchner (*Figura 1*). Mantén la succión hasta que veas que no caen más gotas de líquido.
- 11) Transfiere el total del compuesto obtenido a un vaso limpio de 100 mL y recristalízalo a partir de HCl 3 mol.L⁻¹ (rotulado "**HCl 3M**") a 80 °C. Ten mucho cuidado de no agregar solvente de más ya que bajarás el rendimiento. Enfría la solución a casi temperatura ambiente, y luego en baño de hielo. Agita periódicamente la solución para inducir y facilitar la precipitación del compuesto deseado.
- 12) Filtra el producto obtenido del mismo modo que en el punto 9. Prepara 10 mL de mezcla de Metanol:H₂O en proporción 80:20, y lava los cristales con esta mezcla. Finalmente, lávalos con 10 mL de Metanol puro. Mantén la succión hasta que veas que no caen más gotas de líquido.
- 13) Transfiere el producto obtenido a un cristalizador pequeño rotulado con tu código de estudiante. Este cristalizador ha sido pesado previamente y el supervisor escribirá ese dato en tu hoja de respuestas durante la sesión. Entrega este cristalizador con el producto que obtuviste al supervisor encargado del laboratorio.

Al finalizar este experimento, entrega al supervisor del laboratorio:

- El cristalizador con el complejo sintetizado, rotulado con tu código de estudiante.
-

Dispositivo para filtración al vacío

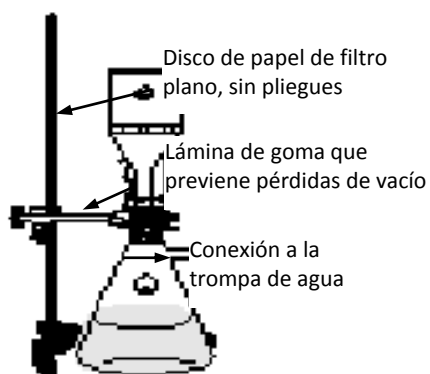


Figura 1

- 1- Para filtrar, corta un disco de papel de filtro que cubra totalmente los orificios del embudo Büchner y que quede perfectamente plano sobre la placa filtrante. **No debe presentar pliegues**; si los hubiera, el sólido se escurrirá, y deberás volver a filtrar la solución. Moja con agua destilada el papel de filtro para adherirlo sobre el fondo del embudo. Arma el equipo según la *Figura 1* utilizando el embudo Büchner (con su papel de filtro), el kitasato, la agarradera y el soporte universal.
 - 2- Conecta el aparato a una de las trompas de vacío que se encuentran en el laboratorio. Abre la llave de agua y mantén la succión durante el tiempo solicitado por el procedimiento.
 - 3- Deja secar el producto unos minutos por succión, o de acuerdo a las instrucciones del experimento.
 - 4- Al terminar, desconecta primero la manguera de conexión a la trompa, y entonces cierra la llave de agua.
 - 5- Ante cualquier duda, puedes consultar a un supervisor.
-

Experimento No.2**Puntaje: 20 %**

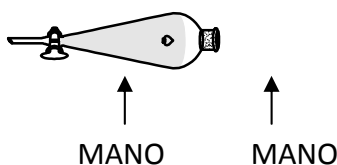
	B.1	B.2	B.3	B.4	B.5	C.1	C.2	D.1	D.3
99 Marcas	2	62	12	5	3	3	4	4	4

Purificación y cuantificación de ácido benzoico en una muestra

En un laboratorio adquirieron un frasco de ácido benzoico, que detectaron que estaba impurificado con una sustancia desconocida. Como no había posibilidad de reemplazarlo, se debió recuperar y purificar el disponible. Después de una serie de ensayos, determinaron que el compuesto que impurificaba el ácido es no polar y lograron separar los dos compuestos de acuerdo a la técnica descrita más abajo y que usarás para separar una muestra similar, y determinar el porcentaje de pureza de la misma.

Parte A: Separación de los compuestos por extracción.

- Coloca el aro de metal en el soporte universal y ubica en él la ampolla de decantación (embudo de separación) con su robinete (llave) **CERRADO** (Figura 1). Destapa la ampolla.
- Transfiere cuantitativamente el total de la muestra problema suministrada y contenida en el tubo rotulado “**XX-X** (tu código de estudiante) /**Muestra Bz / Masa: XXX g**” a esta ampolla de decantación. Anota inmediatamente en la hoja de respuestas la masa de muestra que figura en la etiqueta del tubo y llama a un supervisor para que te firme el dato.
- Agrega 20 mL de tolueno a la ampolla y agítala circularmente (revuélvela). El sólido puede no disolverse completamente.
- Agrega 10,00 mL de solución de NaOH aprox. $0,4 \text{ mol.L}^{-1}$ (rotulada “**NaOH 0,4M**”). Ajusta la tapa, retira la ampolla del aro y realiza el proceso de extracción agitando bien la mezcla. Para ello, debes mantenerla en posición horizontal, sosteniendo firmemente con una mano la tapa mientras que ubicas la otra mano a la altura del robinete. Permite que se libere la presión que se genera dentro de la ampolla, abriendo el robinete después de cada agitación. Cuando realices esta operación, cuida de **NO** dirigir el vástago hacia una persona, para evitar salpicaduras.



- 5) Deposita la ampolla en su aro, afloja la tapa, y deja que se separen las fases. Retira la tapa. Abre el robinete y recoge la fase inferior (acuosa básica) en un matraz aforado (fiola, balón aforado) de 100 mL. ¡La fase superior (orgánica) debe permanecer en la ampolla!
- 6) Repite la extracción de la fase orgánica otras 2 veces también con fracciones de 10,00 mL de NaOH 0,4 mol.L⁻¹. Reúne las fases acuosas siempre en el mismo matraz del punto 5.
- 7) Finalmente realiza 2 extracciones más como las anteriores, pero reemplazando los 10 mL de solución de NaOH por 10 mL de agua destilada medida con probeta. Transfiere ambas fases acuosas al mismo matraz de los puntos anteriores.
- 8) Tapa la ampolla y reserva la fase orgánica para realizar la parte C.
- 9) Lleva a volumen (enrasa, afora) el matraz con agua destilada. En el caso que algo de la fase orgánica haya pasado al matraz, ten en cuenta que debes enrasar considerando el menisco correspondiente a la fase acuosa.

Parte B. Determinación de la pureza de la muestra.

- 1) Toma 25,00 mL de la solución contenida en el matraz aforado y transfírela a un Erlenmeyer de 250 mL. Agrega 25 mL de agua destilada y 4 gotas de indicador Rojo cresol (gotero rotulado “Rj Cresol”).
- 2) Titula la solución anterior con solución de HCl aprox. 0,1 mol.L⁻¹ (rotulada “HCl 0,1M”) hasta el viraje del indicador (Púrpura → Amarillo). Anota el volumen de titulante utilizado en tu hoja de respuestas.
- 3) Realiza un duplicado o triplicado, según consideres conveniente. Anota el volumen de titulante utilizado en tu hoja de respuestas.

Parte C. Verificación de la eficiencia de la extracción.

- 1) Dispones de una muestra de la mezcla analizada contenida en un tubo rotulado “Muestra Bz TLC” (TLC = CCD = CCF). Vierte unas 10 gotas de metanol dentro del tubo con ayuda de una pipeta Pasteur y disuélvela.
- 2) Siembra (aplica) una gota de esta solución y una de la fase orgánica proveniente de la extracción, utilizando tubos capilares (¡no los mezcles!) en la placa de cromatografía. Controla con la lámpara UV que la siembra haya sido suficiente antes de desarrollarla. Luego de realizado este control, desarróllala (Figura 2) utilizando el solvente proporcionado (hexano:acetato de etilo, 95:5) contenido en el frasco rotulado “Solvente TLC”. Sigue las instrucciones proporcionadas en el Anexo.
- 3) Determina la Relación frontal (R_f) de cada muestra y escríbela en tu hoja de respuestas.

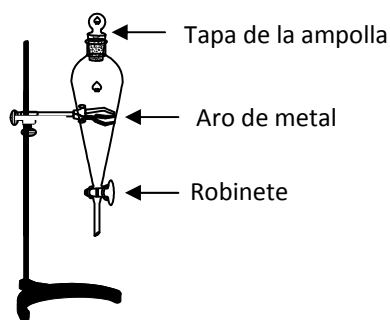
Al finalizar este experimento, entrega al supervisor del laboratorio:

- la placa desarrollada dentro de la bolsa plástica proporcionado originalmente, rotulado con tu código de estudiante.

Anexo

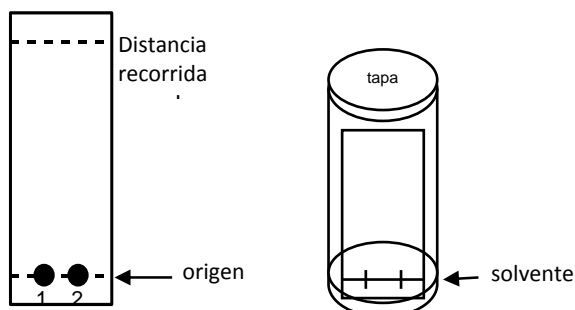
Uso de la ampolla de decantación

Figura 1



Cromatografía en capa delgada

Figura 2



Cromatografía en capa delgada

Se te ha suministrado una placa de sílica gel 60 con indicador fluorescente y una cuba (cámara, recipiente) de cromatografía que compartirás con tu vecino de mesada (mesa). Cargarás la cuba con el solvente adecuado unos 10 minutos antes de hacer la cromatografía.

No toques la superficie de la placa con los dedos ni la raspes. Tómala siempre de los bordes o con la pinza de pelo.

Marca con lápiz la línea (origen) y los puntos **1** y **2** según la *Figura 2*. Utilizando capilares, aplica sobre cada uno de esos puntos, respectivamente, una gota de las soluciones a analizar (fase orgánica proveniente de la extracción y muestra original) (¡no mezcles los capilares!). Deja secar **muy bien** el solvente de siembra. Introduce la placa así sembrada dentro de la cuba con la pinza de pelo, cuidando que el nivel del

solvente no sobrepase la línea de siembra. (*Figura 2*). ATENCIÓN: No muevas la cuba ni perturbes el desarrollo de la cromatografía.

Deja desarrollar la placa y retírala de la cuba cuando el solvente haya llegado aproximadamente a 2 mm por debajo del borde superior. Marca y mide con una regla la distancia recorrida por el solvente desde el origen. Déjala secar.

Observa la placa bajo la lámpara de luz ultravioleta. Marca la posición de los compuestos con lápiz. **NUNCA mires la luz ultravioleta directamente.** Mide la distancia recorrida por cada uno de los compuestos considerando la zona central de cada mancha.

Determina la Relación frontal (R_f) de los compuestos que se observan en la placa.