



Washington, D.C. • USA



Practical Examination

44th International
Chemistry Olympiad

July 24, 2012

United States
of America

Instrucciones (Problema 1)

- Este examen tiene 10 páginas para el problema 1 y las hojas de respuesta.
- Usted tiene 15 minutos para leer el documento antes de comenzar los experimentos.
- Usted tiene 2 horas y 15 minutos para completar el problema 1.
- Comience solo cuando se de la orden de **COMIENZO (START)**. Debe terminar su trabajo inmediatamente cuando se de la orden de **FIN (STOP)**. Una demora de más de 5 minutos conducirá a la anulación de su examen práctico. Luego de que se haya dado la **orden de FIN, permanezca en su espacio de laboratorio**. Un supervisor revisará su espacio de laboratorio. El siguiente ítem deben **permanecer en su mesa de trabajo**: El cuadernillo de problemas/respuestas (este cuadernillo)
- Usted debe seguir las **reglas de seguridad** dadas en las normas de la IChO. Mientras esté en el laboratorio, usted debe usar **lentes de seguridad** o sus propios lentes si estos han sido aprobados. Puede utilizar **guantes** para manipular los reactivos químicos.
- Usted recibirá solo **UNA ADVERTENCIA** por parte del supervisor de laboratorio si viola las reglas de seguridad. En la segunda vez, usted será retirado del laboratorio y recibirá un puntaje de cero en todo el examen práctico.
- No dude en llamar a su asistente si tiene alguna pregunta sobre temas de seguridad o si necesita salir de la habitación.
- Sólo puede trabajar en el espacio que ha sido designado para usted.
- Use solamente el lapicero que se le ha proporcionado, no un lápiz, para escribir las respuestas.
- Use la calculadora que se le ha proporcionado.
- Todos los resultados deben ser escritos en los espacios apropiados en las hojas de respuesta. Cualquier cosa que haya sido escrita en otra parte no será calificada. Use la parte posterior de las hojas si necesita papel de borrador.
- Use el recipiente etiquetado como "**Used Vials**" para desechar los viales cerrados con la soluciones de reacción.
- Use el recipiente etiquetado como "**Liquid Waste**" para desechar las soluciones.
- Use el recipiente etiquetado como "**Broken Glass Disposal**" para desechar los fragmentos de la ampolla.
- Los reactivos y el material de laboratorio serán **reemplazados** sin penalización sólo para el primer incidente. Cada incidente adicional resultará en la **pérdida de 1 punto** de los 40 puntos de su examen práctico.
- La versión oficial en inglés de este examen estará disponible para usted sólo si lo requiere para aclarar algo.

Reactivos y Equipo (Problema 1)

Reactivos (en la lista se ha puesto en negrita el nombre que aparece en la etiqueta de cada envase)

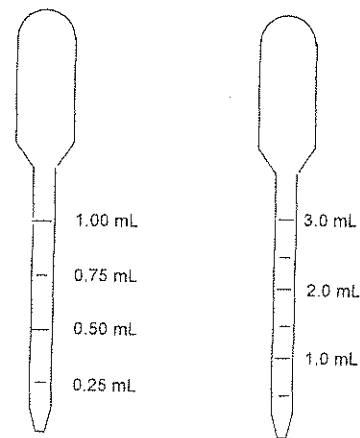
	Riesgo ⁺	Seguridad ⁺
~2 M HCl, * solución en agua, 50 mL en una botella	R34, R37	S26, S45
~0.01 M KI ₃ , * solución en agua, 10 mL en una botella, etiquetada como "I₂" .		
Acetona, (CH ₃) ₂ CO, M = 58.08 g mol ⁻¹ , densidad = 0.791 g mL ⁻¹ , 10.0 mL en un vial	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26
Acetona-d₆ , (CD ₃) ₂ CO, M = 64.12 g mol ⁻¹ , densidad = 0.872 g mL ⁻¹ , 3.0 mL en una ampolla de vidrio	R11, R36, R66, R67	S9, S16, S26

⁺ Vea la página 3 para la descripción del Riesgo y de la Seguridad.

* La molaridad exacta está indicada en la etiqueta, con la concentración dada antes del nombre de la sustancia.

Equipo - Kit #1

- Una botella de vidrio llena con agua destilada.
- Quince viales de 20 mL con tapa rosca recubierta de teflón.
- Diez pipetas de transferencia de polietileno de 1mL graduadas en intervalos de 0,25 mL (ver el dibujo de la derecha).
- Diez pipetas de transferencia de polietileno de 3 mL graduadas en intervalos de 0,50 mL (ver dibujo de la derecha).
- Un cronómetro digital.



Frases de Riesgo y Seguridad (Problema 1)

R11 Altamente inflamable

R34 Causa quemaduras

R36 Irrita los ojos

R37 Irrita el sistema respiratorio

R66 La exposición repetida puede causar sequedad y cuarteo de la piel

R67 Los vapores pueden causar mareos

S9 Mantenga el recipiente en un lugar bien ventilado

S16 Mantenga alejado de fuentes de ignición

S26 En caso de contacto con los ojos, lave inmediatamente con abundante agua y busque ayuda médica.

S45 En caso de accidente o si no se siente bien, busque ayuda médica inmediatamente.

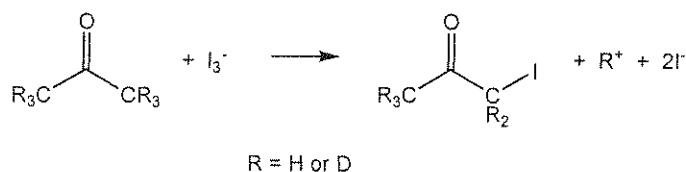
Problema 1**18% del total**

a	b	c	d	e	f	g	Exp 1	18%
10	2	10	12	16	12	8	70	

Cinética, Efecto Isotópico y Mecanismo de la Yodación de la Acetona

Los descubrimientos acerca de los mecanismos de reacciones químicas implican avances en catálisis y síntesis. Una de las herramientas más poderosas para validar mecanismos de reacción es realizar estudios cinéticos, debido a que las formas en que la velocidad de reacción varía con las condiciones de reacción, se relaciona directamente con el mecanismo de la reacción. Una segunda herramienta poderosa corresponde al estudio de moléculas sustituidas isotópicamente. A pesar que los isótopos confieren reactividad similar, existen pequeñas diferencias en las velocidades de reacción en función de la masa nuclear.

En este experimento, usted empleará tanto la cinética como el efecto isotópico para proveer información de la yodación de acetona en solución acuosa ácida:



La reacción procede con la siguiente ley de velocidad

$$\text{velocidad} = k[\text{acetona}]^m[\text{I}_3^-]^n[\text{H}^+]^p$$

donde tanto la constante de velocidad (k) como los órdenes de reacción enteros (m , n y p), serán determinados por usted. También, comparará la reactividad de la acetona con la de la acetona- d_6 , en la cual los 6 átomos de hidrógeno (^1H) han sido sustituidos por deuterio (^2H , D), para determinar el efecto isotópico ($k_{\text{H}}/k_{\text{D}}$) de la reacción. A partir de estos datos, podrás inferir acerca del mecanismo de esta reacción.

Nombre:

Código: CRI

Por favor, lea la descripción completa de este experimento y planee su trabajo antes de comenzar.

Procedimiento

La velocidad de reacción depende de la temperatura. Registre la temperatura del cuarto en que está trabajando (pregunte al asistente de laboratorio):

°C

Instrucciones para el uso del cronómetro:

- (1) Presiona la tecla [MODE] hasta que aparezca el ícono COUNT UP en la pantalla.
- (2) Para comenzar a tomar el tiempo, presiona la tecla [START/STOP].
- (3) Para detener la medición del tiempo, presiona nuevamente la tecla [START/STOP].
- (4) Para comenzar nuevamente, presiona la tecla [CLEAR].

Procedimiento General

Mida los volúmenes que has elegido de las soluciones de ácido clorhídico, agua destilada, y triyoduro de potasio (esta última rotulada como "I₂") y colócalos en el recipiente donde realizarás la reacción. Considere que las concentraciones iniciales de los reactivos en las mezclas de reacción deberán estar en los rangos dados a continuación (no necesitas explorar los rangos de concentración completamente, pero los valores que emplees no deben estar significativamente fuera de esos rangos):

[H⁺]: Entre 0,2 y 1,0 M

[I₃⁻]: Entre 0,0005 y 0,002 M

[acetona]: Entre 0,5 y 1,5 M

Para iniciar la reacción, agregue el volumen elegido de acetona a la solución que contiene los otros reactivos, tape rápidamente el recipiente de reacción, inmediatamente inicie el cronómetro, agite vigorosamente el recipiente por un tiempo, y luego colócalo sobre un fondo blanco. Reporte los volúmenes de los reactivos que utilizó en la tabla provista en (a). Durante el transcurso de la reacción, NO debe tocar ni sostener el recipiente por debajo del nivel del líquido que contiene. El progreso de la reacción puede ser monitoreado visualmente observando la desaparición del color amarillo-marrón del ión triyoduro. Registre el tiempo requerido para la desaparición del color.

Nombre:

Código: CRI

Cuando se haya completado la reacción, coloca a un lado el recipiente, y mantenga el mismo cerrado para evitar su exposición a los vapores de iodoacetona.

Repita el experimento las veces que considere necesarias, pero empleando diferentes concentraciones de reactivos. Registre las concentraciones de los reactivos que utilice en las tablas en (c) que aparecen más adelante. *Pista: cambie sólo una de las concentraciones manteniendo las otras, cada vez.*

Una vez que haya estudiado la velocidad de reacción empleando acetona, deberás examinar la velocidad de reacción para la acetona- d_6 . Tenga en cuenta que cuenta con un amplio suministro de acetona, pero tan sólo con 3,0 mL de acetona- d_6 debido al alto costo de este reactivo marcado isotópicamente. De este modo, si requiere un volumen adicional de acetona- d_6 , será penalizado con un punto. **Cuando necesite utilizar este reactivo, levante su mano y el supervisor del laboratorio abrirá la ampolla sellada para usted.** Las reacciones de compuestos sustituidos con deuterio (^2H , D), son generalmente más lentas que para los compuestos sustituidos con hidrógeno (^1H). Por lo tanto, es aconsejable emplear condiciones de reacción que den lugar a reacciones rápidas cuando trabaje con $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$.

Cuando termine de trabajar:

- Vacíe la botella de agua y colóquela junto a todo el material que no haya utilizado en la caja rotulada "Kit#1";
- Coloque las pipetas que ha usado y los recipientes cerrados en el contenedor designado para esto debajo de las capillas de extracción de gases;
- Utilice el contenedor rotulado "**Broken Glass Disposal**" para descartar todas las partes de la ampolla vacía.

Puede limpiar su área de trabajo luego de que la señal de STOP haya sido dada.

Nombre:

Código: CRi

a. Registre sus resultados para la acetona ($(\text{CH}_3)_2\text{CO}$), en esta tabla. *No es necesario que haga ocho pruebas*

Prueba #	Volumen de la solución de HCl, mL	Volumen de H ₂ O mL	Volumen de la solución I ₃ ⁻ , mL	Volumen de (CH ₃) ₂ CO mL	Tiempo de desaparición del I ₃ ⁻ , s
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					

b. Registre sus resultados para la acetona-d₆, ($(\text{CD}_3)_2\text{CO}$), en la tabla de abajo. *No es necesario que haga cuatro pruebas.*

Prueba #	Volumen de la solución de HCl, mL	Volumen de H ₂ O mL	Volumen de la solución I ₃ ⁻ , mL	Volumen de (CD ₃) ₂ CO mL	Tiempo de desaparición del I ₃ ⁻ , s
1d					
2d					
3d					
4d					

Nombre:

Código: CRI

c. Use las siguientes tablas para calcular las concentraciones y rapidez promedio para las reacciones que usted estudió. Asuma que el volumen total de cada mezcla de reacción es igual a la suma de los volúmenes de las soluciones que la forman. **Para sus cálculos de k (partes e y f), NO necesita usar todas las pruebas pero debe indicar cuáles de ellas va a usar para hacer el cálculo poniendo una marca en la columna de SI o NO.**

 $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$:

Prueba #	Inicial $[\text{H}^+]$, M	Inicial $[\text{I}_3^-]$, M	Inicial $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	Rapidez promedio de desaparición of I_3^- , M s^{-1}	¿Usará esta prueba para calcular k_{H} ?	
					Si	No
1					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
5					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
6					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
7					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
8					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

 $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$:

Prueba #	Inicial $[\text{H}^+]$, M	Inicial $[\text{I}_3^-]$, M	Inicial $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$, M	Rapidez promedio de desaparición del I_3^- , M s^{-1}	¿Usará esta prueba para calcular k_{H} ?	
					Si	No
1d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
2d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
3d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
4d					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

Nombre:

Código: CRI

d. Calcule el orden de reacción en números enteros para la acetona, el triyoduro y el protón.

$$\text{rapidez} = -\frac{d[I_3^-]}{dt} = k[(CH_3)_2CO]^m [I_3^-]^n [H^+]^p$$

$m =$

$n =$

$p =$

e. Calcule la constante de rapidez k_H para la reacción de la acetona, $(CH_3)_2CO$, e indica las unidades.

$k_H =$

f. Calcule la constante de rapidez k_D para la reacción de la acetona- d_6 , $(CD_3)_2CO$, y calcula el valor del cociente k_H/k_D (el efecto isotópico de la reacción).

$k_D =$

$k_H/k_D =$

Nombre:

Código: CRI

g. A partir de los datos cinéticos y del efecto isotópico puede obtener ciertas conclusiones acerca del mecanismo de la reacción. Más abajo se muestra un mecanismo razonable para la reacción de iodación de la acetona. Una reacción es la etapa determinante de la velocidad (R.D.S.), siendo las demás etapas equilibrios rápidos.

En la tabla de abajo, coloque una marca (✓) en la casilla de la segunda columna, si tu *ley de velocidad medida experimentalmente* (parte d) es **consistente** con que esa etapa sea la determinante de la velocidad ó una **X** si esa etapa es **inconsistente** con ser la determinante de la velocidad. Colóque esta marca (✓) en la casilla de la tercera columna de la tabla, si su *efecto isotópico medido experimentalmente* (parte f) es **consistente** con que dicha etapa sea la determinante de la velocidad ó una **X** si su *efecto isotópico medido experimentalmente* es **inconsistente** con que esta etapa sea la determinante de la velocidad.

	¿R.D.S es consistente con la ley de velocidad?	¿R.D.S es consistente con el efecto isotópico?
$\text{CH}_3\text{COCH}_3 + \text{H}_3\text{O}^+ \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{H}_3\text{O}^+$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH})=\text{CH}_2 + \text{I}_3^- \longrightarrow \text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + 2 \text{I}^-$		
$\text{CH}_3\text{C}(\text{OH}^+)\text{CH}_2\text{I} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{CH}_3\text{COCH}_2\text{I} + \text{H}_3\text{O}^+$		

Instrucciones (Problema 2)

- Este examen consta de **13** páginas para el problema 2, las hojas de respuestas y tabla periódica.
- Dispone de 15 minutos para leer el folleto antes de empezar los experimentos.
- Tiene **2 horas y 45 minutos** para realizar el **Problema 2**. Cuando planifique su trabajo, por favor tenga en cuenta que una de las etapas requiere 30 minutos.
- Comience únicamente cuando den la señal de **START**. Debe de parar su trabajo inmediatamente después de que den la señal de **STOP**. Un retraso de 5 minutos implica que le anulen el examen práctico. Después de que den la señal de **STOP**, **espere en su lugar de trabajo**. Un supervisor revisará su lugar de trabajo. Debe dejar en **su lugar de trabajo**:
 - El folleto de problema/hojas de respuesta (este cuadernillo)
 - Una placa TLC en la bolsa de plástica de cierre hermético con su código de estudiante
 - El vial rotulado como "Product"
- Debe seguir las **normas de seguridad** que aparecen en las normas de la IChO. Mientras esté en el laboratorio debe llevar puestas las **gafas de seguridad** o tus propias gafas si le dan permiso. Utilice siempre la **pera de goma** para llenar las pipetas. Puede usar **guantes** cuando maneje productos químicos.
- Recibirá un **SOLO AVISO** del supervisor del laboratorio si no cumple las normas de seguridad. Con el segundo aviso le expulsarán del laboratorio y tendrá un cero en todo el examen práctico.
- Pregunta al asistente de laboratorio si tienes alguna duda acerca de las cuestiones de seguridad o si necesitas abandonar el laboratorio.
- Trabaja únicamente en el espacio que te han asignado.
- Usa únicamente el bolígrafo que te han dado. No utilices el lápiz para escribir las respuestas.
- Utiliza la calculadora que te han dado.
- Escribe los resultados en los recuadros de las hojas de respuestas. Lo que escribas fuera de los recuadros no se tendrá en cuenta.
- Utilice la parte de detrás de las hojas como papel de borrador.
- Utilice el contenedor rotulado como "**Broken Glass Disposal**" para desechar los viales usados.
- Use el **contenedor** rotulado como "**Liquid Waste**" para desechar todos los residuos de disoluciones.
- Todos los productos químicos y material de laboratorio le serán **rellenados o reemplazados** sin penalización por una sola vez. Por cada nuevo incidente **perderá un punto** de los 40 que tiene el examen práctico.
- Si tiene alguna duda del examen, puede pedir una versión oficial en inglés

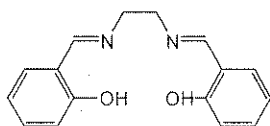
Reactivos químicos (Pregunta 2)

Reactivos químicos y materiales (las etiquetas para cada caja esta dada en letra en negrita)

	Etiqueta de riesgo ⁺	Etiqueta de seguridad ⁺
(salen)H ₂ , ^a ~1.0 g ^b en un vial	R36/37/38	S26 S28A S37 S37/39 S45
Mn(OOCCH ₃) ₂ 4H ₂ O, ~1.9 g ^b en un vial	R36/37/38 R62 R63	S26 S37/39
Disolución de cloruro de litio , LiCl, 1M solución en etanol, 12 mL en una botella	R11 R36/38	S9 S16 S26
Etanol , 70 mL en una botella	R11	S7 S16
Acetona, (CH ₃) ₂ CO, 100 mL en una botella	R11 R36 R66 R67	S9 S16 S26
(salen*)MnCl _x , ^c ~32 mL de ~3.5 mg/mL ^b disolución en una botella		
KI ₃ , ~0.010 M disolución en agua, ^b 50 mL en una botella, etiquetada "I ₂ ".		
Acido Ascórbico , ~0.030 M disolución en agua, ^b 20 mL en una botella		
1% Almidón , disolución en agua, 2 mL en una botella		
Placa para TLC – una placa de 5 cm × 10 cm de sílica gel en una bolsa plástica con cierre hermético		

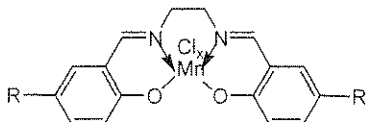
⁺ Ver la página 5 para la definición de las etiquetas de riesgo y seguridad.

^a (salen)H₂:



^b El valor exacto está indicado en la etiqueta.

^c (salen*)MnCl_x (ambos grupos R son iguales y pueden ser H, o COOH o SO₃H):



Nombre:

Código: CRI

Equipo

De uso común: Balanza

- Dos **soportes con prensas** ubicados dentro de la capilla de extracción de gases rotulado con su código.
- Una plancha **agitador-calentador**
- Una regla de **300 mm**
- Un **lápiz**

Kit #2:

- Dos **Erlenmeyer de 250 mL** (uno para la síntesis, uno para la recristalización)
- Una **probeta** de 50 mL
- Una **pastilla de agitación magnética** de 20 mm
- Un **embudo Buchner para kitasato** (embudo Hirsch)
- **Papeles de filtro** circulares para el embudo Buchner y para la cámara de cromatografía TLC
- Un **kitasato de 125 mL** para filtrar al vacío
- Un **adaptador de hule** para el kitasato
- Un **baño plástico** para hielo de 0,5 L
- Un **agitador** de vidrio
- Dos pipetas de transferencia plásticas (ver el dibujo de la derecha)
- Una **espátula** plástica
- Un **vial con tapa** de 4 mL rotulado como "Producto" para la reacción



Kit #3:

- Tres **viales pequeños con tapa rosca** (para las disoluciones de cromatografía TLC)
- Diez **tubos capilares** (100 mm) para las aplicaciones sobre las placas TLC
- Un **vidrio de reloj** (para cubrir la cámara de desarrollo cromatográfico TLC)
- Un beaker de 250 mL que le servirá como cámara de desarrollo cromatográfico TLC

Kit #4:

- Una **bureta de 25 mL** instalada y lista para usar.
- Un **embudo plástico** pequeño
- **Cuatro erlenmeyers** de 125 mL
- Una **pera de goma** para pipetas
- Una **pipeta volumétrica** de 10 mL
- Una **pipeta volumétrica** de 5 mL

Frases de Riesgo y Seguridad (Problema 2)

R11 Altamente inflamable

R36/37/38 Irrita ojos, sistema respiratorio y la piel

R62 Posible riesgo de esterilidad

R63 Posible riesgo de daño en el feto

R66 Exposición prolongada puede causar resequedad o agrietamiento de la piel

R67 Los vapores pueden causar somnolencia y mareo

S7 Mantener el recipiente herméticamente cerrado

S9 Mantener el recipiente en un lugar ventilado

S16 Mantener lejos de fuentes de ignición

S26 En caso de contacto con los ojos, lave inmediatamente con agua y busque asistencia médica.

S28 Al contacto con la piel, lave inmediatamente con agua.

S37 Usar guantes de protección adecuados.

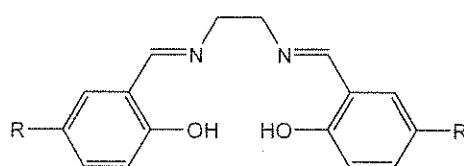
S37/39 Usar guantes de protección y protección en cara/ojos.

S45 En caso de accidente o si usted se siente mal, busque asistencia médica de inmediato

Problema 2**22% del Total****Síntesis de un Complejo Salen de Manganeso y Determinación de la Fórmula del Producto**

A	B-i	B-ii	C-i	C-ii	Task 2	22%
10	15	4	4	2	35	

Los complejos de los metales de transición de los elementos del grupo $3d$ derivados del ligando bis(saliciliden)etilendiamina, abreviado (salen) han demostrado ser catalizadores eficientes para varias reacciones redox en síntesis orgánica.



(salen) H_2 , R = H

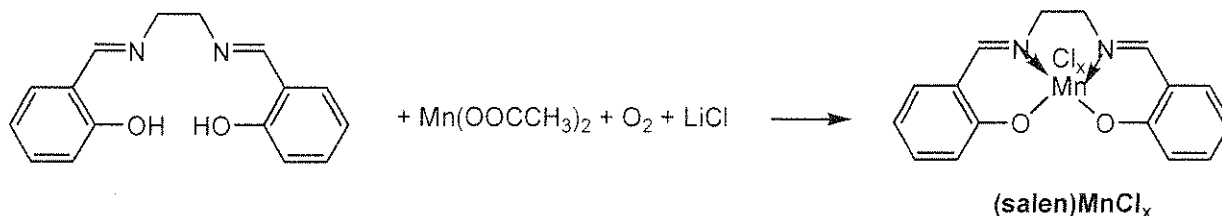
(salen*), R = H, COOH, or SO_3H

La habilidad del ligando salen para estabilizar altos estados de oxidación en elementos del bloque $3d$ es importante en esta química. En particular, compuestos de manganeso con estados de oxidación desde +2 hasta +5 pueden ser generados dependiendo de las condiciones de la reacción durante la preparación del complejo salen de manganeso. En este problema usted debe preparar un complejo salen de manganeso reaccionando (salen) H_2 con acetato de Mn(II) en etanol, aire, y cloruro de litio. Bajo estas condiciones, usted puede obtener un complejo con fórmula (salen)MnCl $_x$, donde $x = 0, 1, 2,$ o 3 .

Usted deberá: i) determinar la masa del producto, ii) caracterizar su pureza utilizando cromatografía de capa fina (TLC), y iii) determinar el estado de oxidación del metal en el complejo utilizando una titulación redox yodométrica. Para la titulación redox, se le proveerá una solución de un análogo de su compuesto, (salen*)MnCl $_x$, donde el manganeso tiene el mismo estado de oxidación que en su producto y el sustituyente R en el anillo de benceno puede ser H, COOH, o SO_3H .

Por favor lea toda la descripción de este problema y planifique su trabajo antes de empezar.

Algunas de las operaciones deben ser realizadas en paralelo para poder completar su trabajo a tiempo.

Procedimiento:**A. Síntesis de (salen)MnCl_x**

- 1) Coloque 2-3 cristales de (salen)H₂ en un vial pequeño para ser utilizados en el experimento de TLC.
- 2) Transfiera a un Erlenmeyer de 250 mL la muestra de (salen)H₂ que se le proporcione junto con agitador magnético (la muestra ha sido pre-pesada ~1.0 g). Combine los reactivos con 35 mL de etanol absoluto.
- 3) Coloque el Erlenmeyer sobre la plancha de calentamiento/agitador. Caliente su contenido bajo constante agitación hasta que el sólido se disuelva (usualmente, la disolución se completa cuando el etanol está a punto de ebullición). Luego, baje la temperatura para mantener la mezcla cerca pero por debajo de su punto de ebullición. No deje que la mezcla ebullo para que el cuello del Erlenmeyer se mantenga frío. Si el Erlenmeyer está muy caliente para ser agarrado con sus manos, utilice papel absorbente para sostenerlo.
- 4) Remueva el Erlenmeyer de la plancha y añada a su contenido la muestra pre-pesada (~1.9 g) de Mn(OAc)₂·4H₂O. La mezcla se tornara a un color café oscuro. Coloque el Erlenmeyer sobre la plancha inmediatamente y continúe calentando y agitando por 15 min. No ebullo la mezcla para que el cuello del Erlenmeyer se mantenga frío.
- 5) Remueva el Erlenmeyer de la plancha de calentamiento y agregue a su contenido la solución proporcionada de 1M LiCl en etanol (12 mL, en exceso). Coloque nuevamente el Erlenmeyer sobre la plancha y continúe calentando y agitando por 10 min. No ebullo la mezcla para que el cuello del matraz se mantenga frío.
- 6) Al transcurrir el tiempo indicado remueva el Erlenmeyer de la plancha, y colóquelo en un baño de hielo para la cristalización del producto por 30 min. Cada 5 min, raspe levemente las paredes del Erlenmeyer por adentro y bajo el nivel del líquido con la agitador de vidrio para acelerar la cristalización de (salen)MnCl_x. Los primeros cristales pueden aparecer inmediatamente al enfriar la solución o luego de un periodo de solo unos 10-15 minutos.
- 7) Use la línea de vacío localizada dentro de la capilla de extracción de gases (la válvula correspondiente está marcada como “Vacuum”) y filtre al vacío el sólido cristalino formado utilizando el embudo Büchner y kitasato proporcionado. Use una pipeta de transferencia de polietileno para lavar el sólido formado con unas pocas gotas de acetona sin desconectar el kitasato de la línea de vacío y déjelo en el filtro (bajo vacío) por 10-15 min para secar al aire libre.
- 8) Transfiera el producto sólido a un vial pre-pesado marcado “Product”, luego determine y reporte su masa, *m_p*, en el espacio proporcionado a continuación. Reporte también la masa

Nombre:

Código: CRI

de los siguientes reactivos utilizados en la síntesis: $(\text{salen})\text{H}_2$, m_S , and $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, m_{Mn} .

9) Coloque el vial con el producto dentro de una bolsa con cierre hermético.

Masa del vial: _____ g

Masa del vial con su producto seco: _____ g

Masa del producto, m_p : _____ g

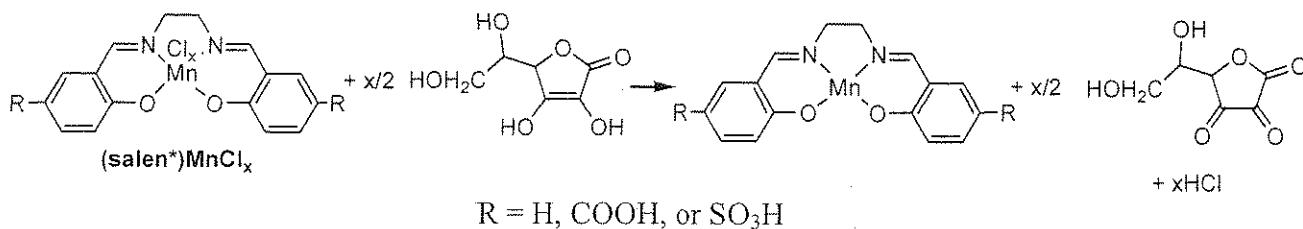
Masa del $(\text{salen})\text{H}_2$ especificada en la etiqueta del vial, m_S : _____ g

Masa del $\text{Mn}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ especificada en la etiqueta del vial, m_{Mn} : _____ g

Nombre:

Código: CRI

B. Análisis volumétrico de una muestra dada de (salen*)MnCl_x



Uso de la pera de goma

- 1) Colocar la pera en la pipeta
- 2) Apretar firmemente la pera de goma
- 3) Para tomar la solución con la pipeta, apretar el botón con la flecha hacia arriba
- 4) Para verter la solución de la pipeta, apretar el botón con la flecha hacia abajo

Nota: Las pipetas y la bureta están listas para usar y no necesitan acondicionarse.

- 1) Verter 10.00 mL de la solución de (salen*)MnCl_x dada en un Erlenmeyer de 125 mL usando la pipeta aforada.
- 2) Agregar 5.00 mL de la solución de ácido ascórbico y mezclar bien. Deje reaccionar en reposo por 3-4 minutos.
- 3) Para evitar la oxidación del ácido ascórbico con O₂ titule la solución inmediatamente con la solución de KI₃ usando 5 gotas de una solución de almidón al 1% como indicador. El punto final azul o verde-azulado, debe persistir por lo menos por 30 segundos.
- 4) Si el tiempo lo permite, repita la titulación 1-2 veces para mejorar la precisión en su determinación.

Colocar los resultados de su(s) titulación(es) en la siguiente tabla:

#	Lectura inicial de la solución de KI ₃ en la bureta, mL	Lectura final de la solución de KI ₃ en la bureta, mL	Gasto de la solución de KI ₃ , mL
1			
2			
3			

Nombre:

Código: CRI

i. Indicar el volume consumido en mL (seleccionado o promedio) de la solución de KI_3 que usará para los cálculos de masa molar de $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$:

Volumen de la solución de KI_3 a usar en los cálculos: _____ mL

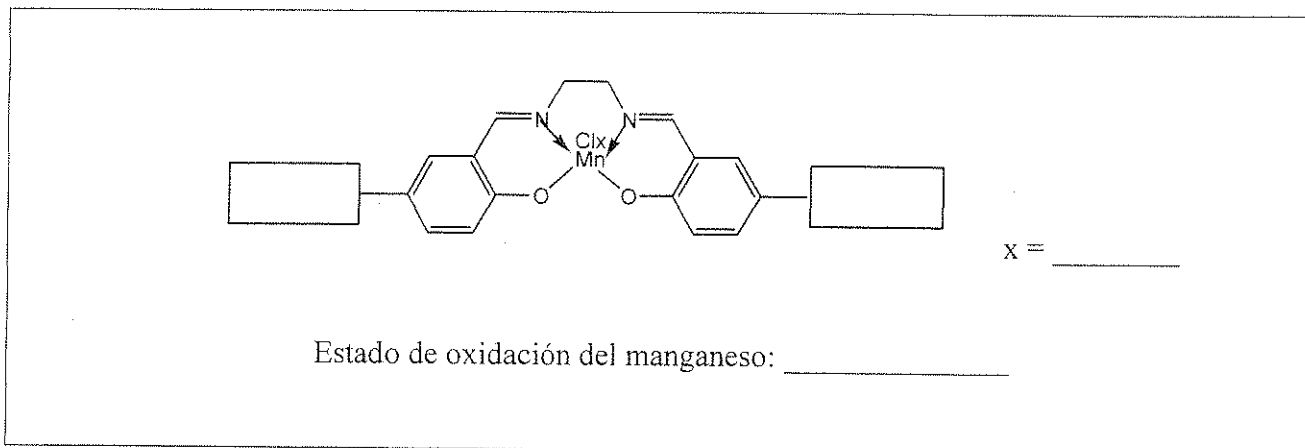
Concentración de $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ (de la etiqueta en la botella): _____ mg/mL

Concentración de ácido ascórbico (de la etiqueta en la botella): _____ M

Nombre:

Código: CRI

ii. A partir de los datos obtenidos en la titulación y utilizando la tabla que se muestra abajo, deduzca: el valor de x , el estado de oxidación del manganeso e identifique el sustituyente en el ligando salen ($R = H, COOH, SO_3H$). Escriba los resultados en el siguiente recuadro:



R	x	(Masa molar teórica)/x, g/mol
H	1	357
H	2	196
H	3	143
COOH	1	445
COOH	2	240
COOH	3	172
SO ₃ H	1	517
SO ₃ H	2	276
SO ₃ H	3	196

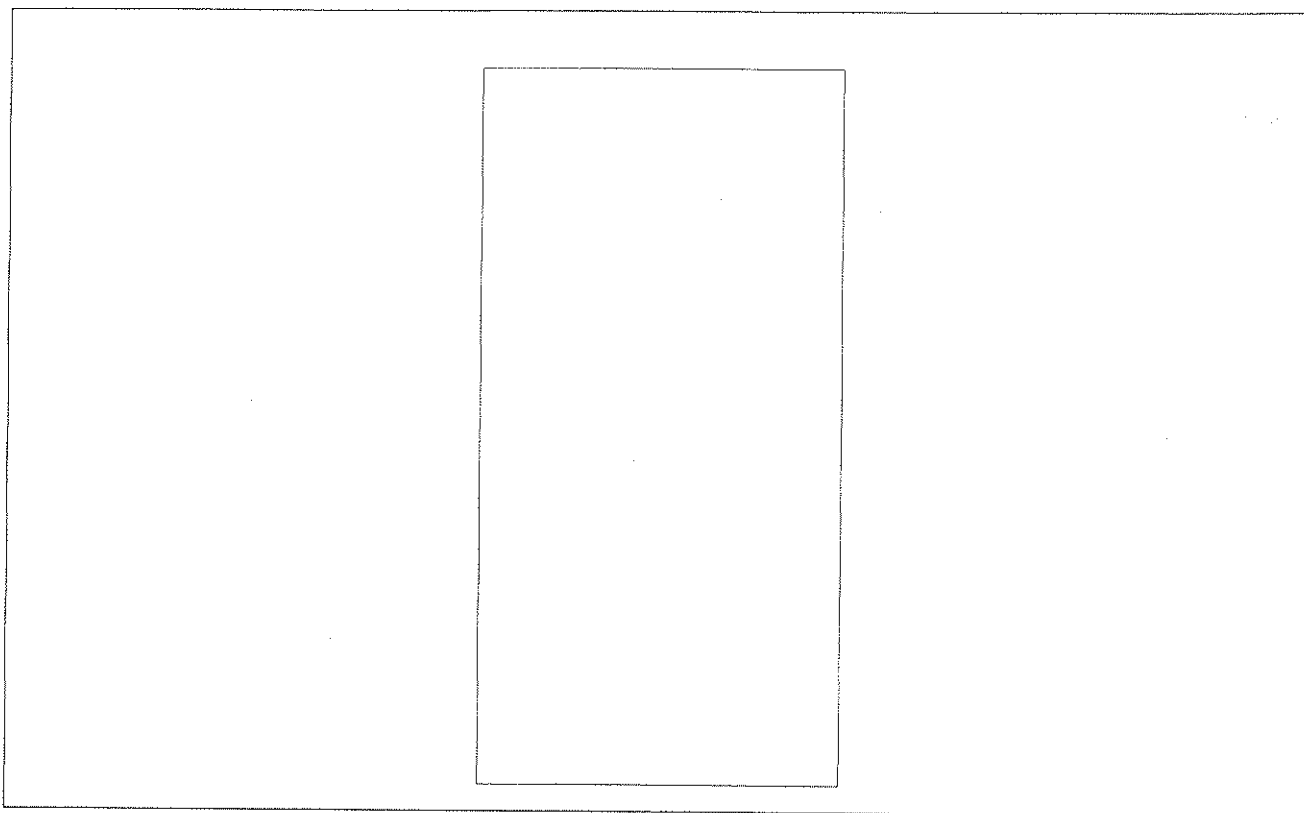
C. Caracterización de (salen)MnCl_x por TLC

- 1) En un vial pequeño y usando una pipeta de plástico para transferir unas gotas de etanol absoluto, disuelva unos pocos cristales del (salen)MnCl_x sintetizado por usted.
- 2) Usando otro vial pequeño, disuelva unos pocos cristales de (salen)H₂ con unas gotas de etanol absoluto.
- 3) Si es necesario, corte la placa de TLC a la altura adecuada para la cámara de TLC (las tijeras pueden solicitarse al asistente del laboratorio).
- 4) Doblar o cortar un papel de filtro circular grande y colocarlo en la cámara de desarrollo TLC de manera que ocupe toda la altura de la misma. Esto se requiere para saturar la cámara en vapores de etanol. Agregar etanol a la cámara de desarrollo TLC hasta 3-4 mm de altura, asegurándose de empapar el papel de filtro. Tapar la cámara con el vidrio de reloj.
- 5) Marcar con el lápiz la línea de aplicación.
- 6) Utilizando los capilares que se suministran, aplique una pequeña gota en la placa de TLC de ambas soluciones por separado.
- 7) Correr la TLC en la cámara de desarrollo tapada con el vidrio de reloj durante 10-15 min.
- 8) Marcar el frente del disolvente así como los puntos coloreados en la placa de TLC usando un lápiz.
- 9) Secar la placa de TLC al ambiente y colocarla de nuevo en la bolsa con cierre hermético.
- 10) Calcular el R_f para (salen)H₂ y (salen)MnCl_x.

Nombre:

Código: CRI

i. Dibuje la placa TLC en el siguiente recuadro



ii. Calcular el R_f para $(\text{salen})\text{H}_2$ y $(\text{salen})\text{MnCl}_x$ y escriba los valores en el siguiente recuadro.

R_f $(\text{salen})\text{H}_2$:	_____
R_f $(\text{salen})\text{MnCl}_x$:	_____

Cuando haya terminado:

- Coloque los desechos líquidos dentro del contenedor etiquetado como **Liquid Waste**.
- Coloque los viales usados del dentro del contenedor etiquetado como **Broken Glass Disposal**.
- Coloque la cristalería usada de nuevo en las cajas rotuladas como "Kit #2", "Kit #3" y "Kit #4".