



Nombre y Apellidos:

1. Cuanto más elevado es el porcentaje de DVB (divinil benceno) la resina posee:
  - a) Mayor resistencia mecánica
  - b) Mayor selectividad
  - c) Ambas son correctas
  
2. La incompleta separación de interferentes provoca siempre un error:
  - a) Por defecto
  - b) Por exceso
  - c) Depende de los casos
  
3. En el desarrollo por DESPLAZAMIENTO se utiliza como fase móvil:
  - a) Disolventes con coeficientes de distribución pequeños
  - b) Disolventes con coeficientes de distribución grandes
  - c) Disolución de la muestra
  
4. El volumen intersticial en exclusión por tamaños lo fija:
  - a) El volumen de elución en la zona de permeación selectiva
  - b) El volumen de elución en la zona de exclusión total
  - c) El volumen de elución en la zona de permeación total
  
5. ¿Qué naturaleza ha de poseer el sorbente de los cartuchos de EXTRACCIÓN EN FASE SÓLIDA (SPE) cuando existe un equilibrio DE REPARTO EN FASE NORMAL?
  - a) Polar
  - b) Poco polar
  - c) Es indiferente

6. En las separaciones cromatográficas empleando el mecanismo de REPARTO EN FASE INVERSA se aumenta la fuerza de la fase móvil:
- Aumentando su polaridad
  - Aumentando el parámetro de adsorción
  - Disminuyendo la polaridad
7. La función de los aditivos en cromatografía plana **NO** es para:
- Aumentar la velocidad de desarrollo
  - Mejorar la separación
  - Mejorar el revelado
8. A partir de los estudios de distribución se sabe que las especies A y B tienen coeficientes de adsorción entre al agua y la sílice de 5.30 y 5.50. Se sabe que la relación  $m/V_{fm}$  para el empaquetamiento es de 0.542. El valor del coeficiente de selectividad es: :
- 0.87
  - 1.03
  - 1.15
9. Para poner de manifiesto la existencia de efecto matriz en la retención de los compuestos de interés se inyecta en el sistema:
- Disolución de patrones puros de los compuestos a analizar
  - Disolución de la muestra a analizar
  - Disolución de la muestra adicionada con los analitos
10. Nombra el método de cuantificación en el que es necesario disponer de patrones puros:
- Patrón externo
  - Patrón interno
  - Ambas son correctas

---

Nota: Todas las cuestiones puntúan igual (40% elegir la opción correcta; 60% justificar adecuadamente la respuesta). Se recuerda que este ejercicio supone un 20% de la nota final.



1.- El hidroximetilfurfural (HMF) y 3 compuestos relacionados A, B y C son separados mediante un desarrollo por elución, utilizando una columna de 25 cm con un flujo de fase móvil de 1.2 ml/min. Del cromatograma resultante se obtuvieron los datos que se muestran en la tabla siendo el: tiempo muerto  $t_0 = 2.3$  min. (a).- ¿Cuál es la eficacia de la columna, expresada como altura equivalente del plato teórico? (b).- ¿Cuáles son los volúmenes de retención para los compuestos? (c).- ¿Y los factores de capacidad y coeficientes de selectividad? (d).- ¿Cuál es el valor de la resolución alcanzada? (e).- Suponiendo que los compuestos se encuentran en una muestra en aproximadamente la misma proporción, ¿sería posible realizar la identificación y cuantificación con precisión? Dé la **definición** de cada uno de los parámetros que se pide que calcule.

	HMF	A	B	C
$t_r$ (min)	8.30	11.99	12.80	20.28
W (min)	0.235	0.336	0.362	0.574

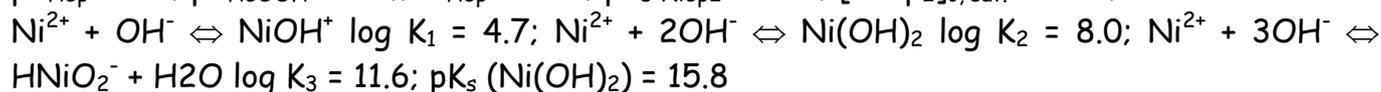
2.- ¿Qué método de cuantificación sería más adecuado utilizar para compensar pequeñas variaciones en las condiciones cromatográficas? Indique la forma de realizarlo en la práctica y comente las principales características de este método, así como sus ventajas e inconvenientes.

3.- ¿A qué se debe la migración de los analitos NO CARGADOS a lo largo del capilar de separación en electroforesis capilar? Explicarlo detalladamente y comentar razonadamente de que variables depende.

4.- Calcular el porcentaje de  $Ni^{2+}$  que se extrae de 100 mL de una disolución acuosa que contiene  $10^{-4}$  moles de Nitrato de Niquel y el equivalente a 10 ml de ácido fórmico 2 M y 10 ml de hidróxido sódico 1 M, con 20 mL de una solución clorofórmica de cupferrón (HCp)  $10^{-2}$  M. Una vez realizada la separación, para llevar a cabo la determinación del Niquel, es necesario tener al metal en disolución acuosa, para lo cual se separan las fases y a los 20 ml de fase orgánica se le añaden 100 ml de solución acuosa al pH adecuado para que se produzca la reextracción. (2).- ¿Qué pH debe tener dicha solución? En este apartado no se tendrán en cuenta las reacciones secundarias del Niquel con los protones.

Datos:

$$pK_{HCp} = 4.9; pK_{HCOOH} = 3.8; P_{HCp} = 10^{1.3}; pK_s NiCp_2 = 12.8; [NiCp_2]_{o, sat.} = 10^{0.13};$$



5.- Responda de manera adecuada y justifique razonadamente la respuesta. El valor máximo por cada se alcanzará seleccionando la opción correcta (50%) y justificándola adecuadamente (50%).

Cada cuestión y problema se calificará sobre 2 puntos y el examen representa el 70% de la calificación total.



- 5.1. En las separaciones cromatográficas empleando el mecanismo de REPARTO EN FASE INVERSA se aumenta la fuerza de la fase móvil:
- Aumentando su polaridad
  - Aumentando el parámetro de adsorción
  - Disminuyendo la polaridad
- 5.2. ¿Qué sistema de introducción de muestra usaría cuando el capilar en CE está relleno de gel :
- Hidrodinámico
  - Electrocinético
  - Split
- 5.3. El salado de la fase acuosa (*salting out*) provoca:
- Variación en el coeficiente de actividad
  - Paso del compuesto de interés a la fase orgánica
  - Ambas respuestas son correctas
- 5.4. ¿Qué detector es el más adecuado para determinar hidrocarburos minoritarios por cromatografía de gases?
- FID
  - NPD
  - ECD
- 5.5. La fase móvil es la propia muestra en el desarrollo:
- Frontal
  - Elución
  - Por desplazamiento

# Química Experimental IV

## Grupo IV. Prueba escrita. 20/06/2018

1.- PRÁCTICA 1: Se desea determinar, mediante espectrofotometría molecular, el contenido de manganeso en una aleación Al-Mn empleada para fabricar latas de refresco. Para ello se pesa una muestra representativa de 0.3990 g, se disuelve y se oxida el manganeso a permanganato empleando los reactivos adecuados, enrasando finalmente con agua desionizada a 250.0 mL. La absorbancia de esta disolución a 525 nm fue 0.945 UA. La respuesta del instrumento se calibró con patrones de permanganato de potasio disueltos en ácido sulfúrico 0.5 M. Las concentraciones de los patrones y sus lecturas de absorbancia a 525 nm se muestran en la siguiente tabla.

C (mg/L)	10	20	40	60	80	100
A (UA)	0.137	0.289	0.597	0.895	1.181	1.480

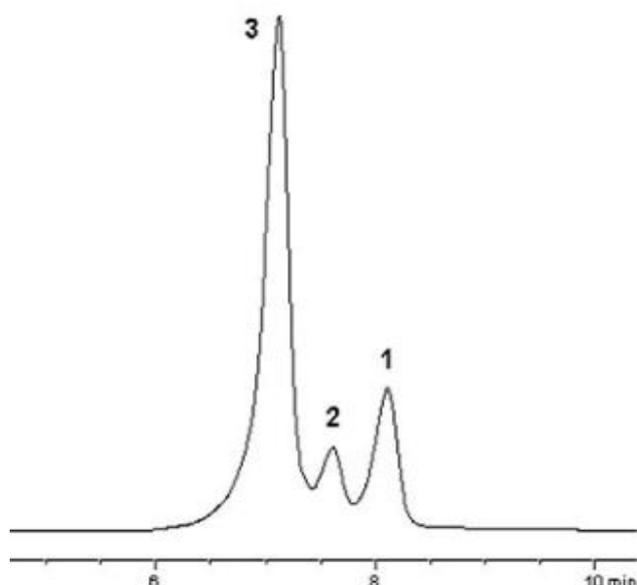
(a) Calcule la absorptividad,  $a$ , y la absorptividad molar,  $\epsilon$ , del permanganato potásico a 525 nm y expréselos con sus unidades. (b) Calcule el porcentaje de Mn en la muestra y exprese el resultado con el adecuado número de cifras significativas.

Datos: Masas atómicas: Mn, 54.938 g/mol-g; K, 39.098 g/mol-g; O, 15.999 g/mol-g

2.-PRÁCTICA 5: El calibrado del electrodo selectivo de fluoruros con el TISAB adecuado generó la ecuación  $E = -102,42 - 58,5 \text{ Log } [F^-]$ . Para determinar fluoruros en un colutorio se toman 1,00 ml del mismo, se le añade 25,0 ml de TISAB y 25,0 ml de agua. Se determina el potencial y posteriormente se van añadiendo los  $\mu\text{l}$  de patrón de  $0,500 \text{ mol L}^{-1}$  que se muestran en la tabla obteniendo los valores del potencial que se indica, Determine la concentración de fluoruro del colutorio.

Dato:  $M_a F (\text{g mol}^{-1}) = 18,998$

V ( $\mu\text{L}$ )	0,0	20,0	40,0	60,0	80,0	100	120
E (mV)	113	99,1	89,0	83,3	79,5	74,2	70,0



3.-PRÁCTICA 9: El cromatograma que se adjunta corresponde a la separación de los curcuminoides de la práctica de HPLC.

Determine la resolución de los picos ( $R_s$ )

	$t_R$ (min)	Anchura (min)
Pico 3	6,77	0,725
Pico 2	7,25	0,585
Pico 1	7,50	0,450

# Química Experimental IV

## Grupo IV. Prueba escrita. 20/06/2018

**4.- PRÁCTICAS VARIAS: Responda de forma adecuada y justifique la respuesta:**

**4.1) Por qué el volumen empleado para llegar al segundo punto final en la determinación de ácido fosfórico suele ser superior al doble del empleado para llegar al primero?.**

- a) Problemas con el indicador
- b) Concentración del fosfórico
- c) Otro motivo, ¿Cuál?

**4.2.-La temperatura en el portal o puerto de inyección de un cromatógrafo de gases ha de ser.**

- a) Superior al punto de ebullición del compuesto más volátil
- b) Superior al punto de ebullición del compuesto menos volátil
- c) Fija, no se puede variar

**4.3.-En las separaciones cromatográficas empleando el mecanismo de “reparto en fase inversa” se “aumenta la fuerza de la fase móvil”**

- a) Aumentando su polaridad
- b) Aumentando el flujo
- c) Disminuyendo la polaridad

**4.4.-La adición de  $\text{HNO}_3$  previa a la electrolisis para la determinación de Cu es necesaria para**

- a) Evitar la oxidación del agua en el cátodo
- b) Evitar la oxidación del agua en el ánodo
- c) Evitar la reducción del agua (protones) en el cátodo