

### PROBLEMA 1.- (2 puntos)

Los iones de cobre (II) forman con el amoníaco un complejo azul intenso, tetraamíncobre (II), que absorbe radiación a 650 nm.

Se preparó una disolución patrón pesando 2.0084 gramos de sulfato de cobre (II) pentahidrato (Sustancia cristalina; 249,68 g/mol; Pureza= 98.0%), los cuales se disolvieron en 200 ml de disolución de ácido nítrico de concentración 4.0 M y posteriormente se diluyeron a 1000 ml en matraz aforado con agua destilada. (Cobre metálico: 63,55 g/mol).

De esta disolución patrón se llevaron a 6 matraces aforados de 100.0 ml los siguientes volúmenes 0.0, 2.0, 5.0, 10.0, 20.0 y 25.0 ml respectivamente.

Se añadieron a cada matraz 2.0 ml de hidróxido amónico concentrado y se enrasaron los matraces con agua destilada.

Transcurridos 30 minutos se midieron las absorbancias a 650 nm y se obtuvieron los siguientes resultados:

Matraz con Volumen añadido	0.0 ml	2.0 ml	5.0 ml	10.0 ml	20.0 ml	25.0 ml
Absorbancia a 650 nm	0.000	0.028	0.063	0.120	0.234	0.291

Por otro lado, una muestra de un bronce se limó y de las limaduras obtenidas se pesaron 1.0034 g. Las limaduras pesadas se disolvieron en 50 ml de ácido nítrico de concentración 4.0 M y se diluyeron a continuación a 1000 ml en matraz aforado. Una alícuota de 10.0 ml de la disolución anterior se llevó a un matraz aforado de 100 ml, se le añadieron 2.0 ml de hidróxido amónico concentrado y se enrasó el matraz con agua destilada.

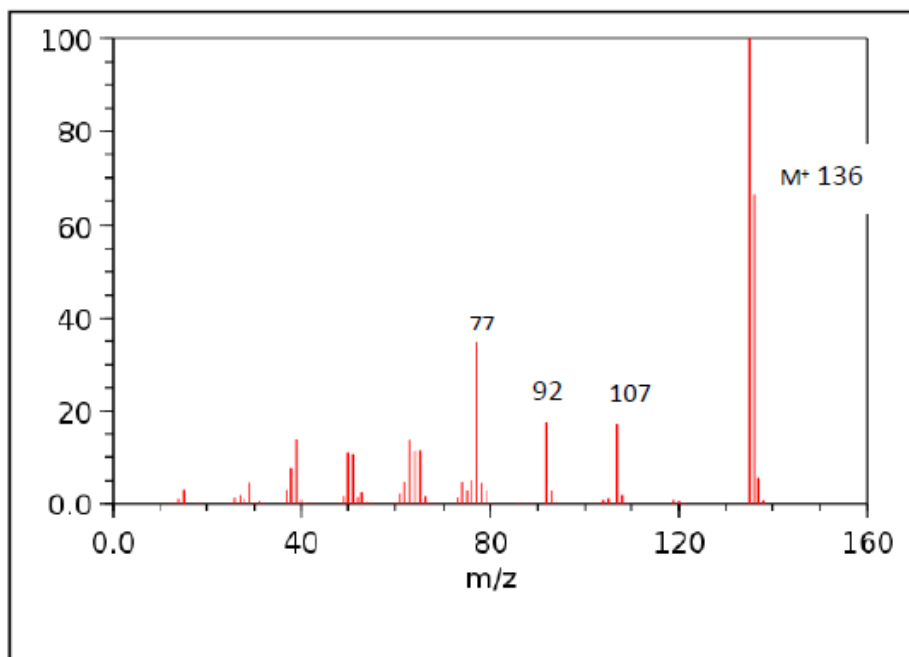
Transcurridos 30 minutos se midió la absorbancia a 650 nm y el resultado obtenido fue de 0.168 unidades de absorbancia.

- Esquema del procedimiento. (0.5 puntos)
- Recta de calibrado. (0.5 puntos)
- Concentración de todas las disoluciones preparadas en el análisis de la muestra y cálculo del porcentaje de cobre en el bronce. (1 punto)

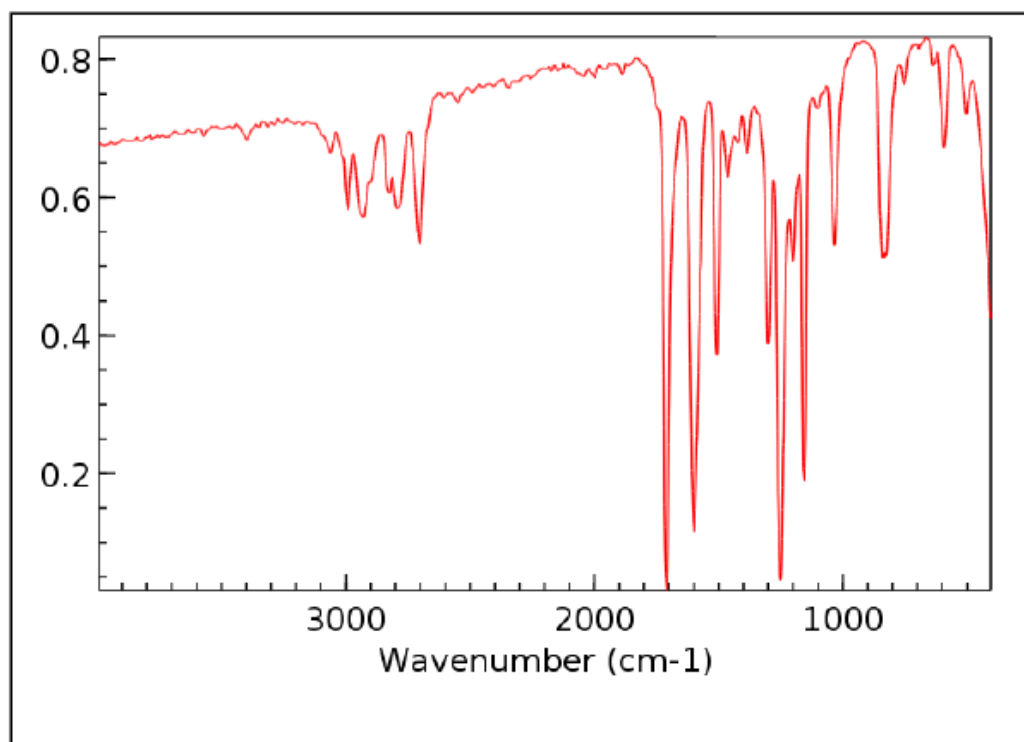
## PROBLEMA 2.- (2 puntos)

Analizar los siguientes datos espectroscópicos del compuesto de fórmula  $C_8H_8O_2$  y proponer de forma razonada la estructura química para dicho compuesto.

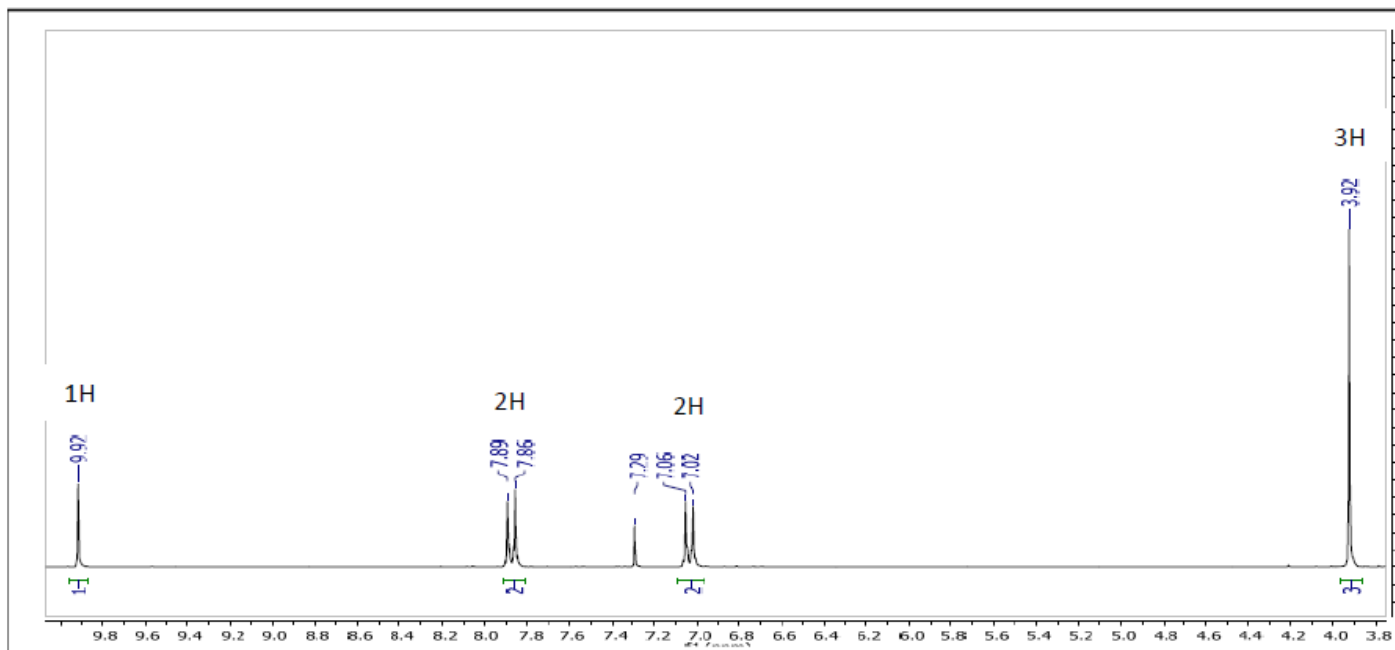
Espectro de Masas.



Espectro de Infrarrojo.

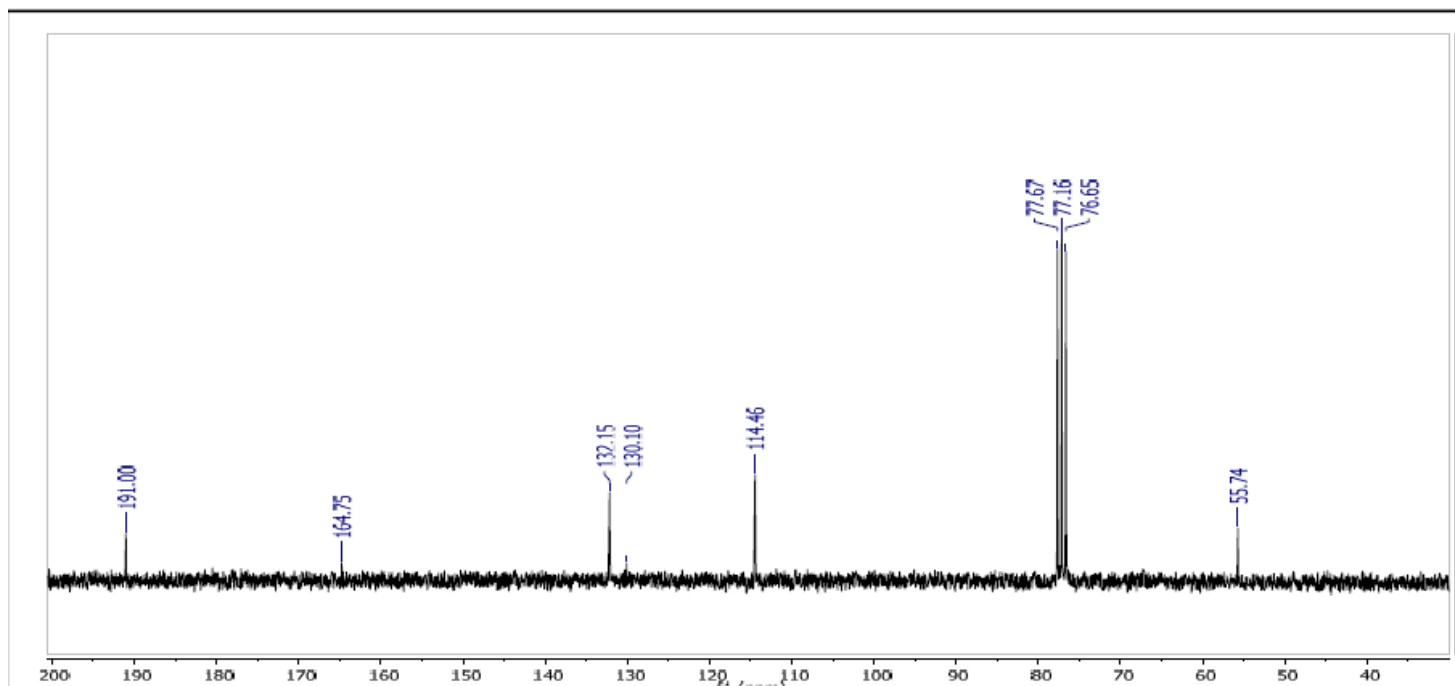


### Espectro de RMN<sup>1</sup>H



Nota: la señal a 7,29 ppm corresponde al DISOLVENTE

### Espectro de RMN<sup>13</sup>C



Nota: las señales 77,67-76,65 ppm corresponden al DISOLVENTE

Datos m.a.: C (12), H (1), O (16).

**ESPECTROSCOPIA INFRARROJA**

Grupo funcional	Banda <sup>a</sup>	(cm <sup>-1</sup> )
Alcanos	C-H t	2950-2800
	CH <sub>2</sub> d	~1465
	CH <sub>3</sub> d	~1375
	CH <sub>2</sub> d (4 ó más)	~720
Alquenos	=CH t	3100-3010
	C=C t (aislado)	1690-1630
	C=C t (conjugado)	1640-1610
	C-H d (en el plano)	1430-1290
	C-H d (monosustituído)	~990 y ~910
	C-H d (disustituído - E)	~970
	C-H d (disustituído - 1,1)	~890
	C-H d (disustituído - Z)	~700
	C-H d (trisustituído)	~815
Alquinos	C-H t (acetilénico)	~3300
	CC t (triple enlace)	~2150
	C-H d (acetilénico)	650-600
Aromáticos	C-H t	3020-3000
	C=C t	~1600 y ~1475
	C-H d (mono)	770-730 y 715-685
	C-H d (orto)	770-735
	C-H d (meta)	~880 y ~780 y ~690
	C-H d (para)	850-800

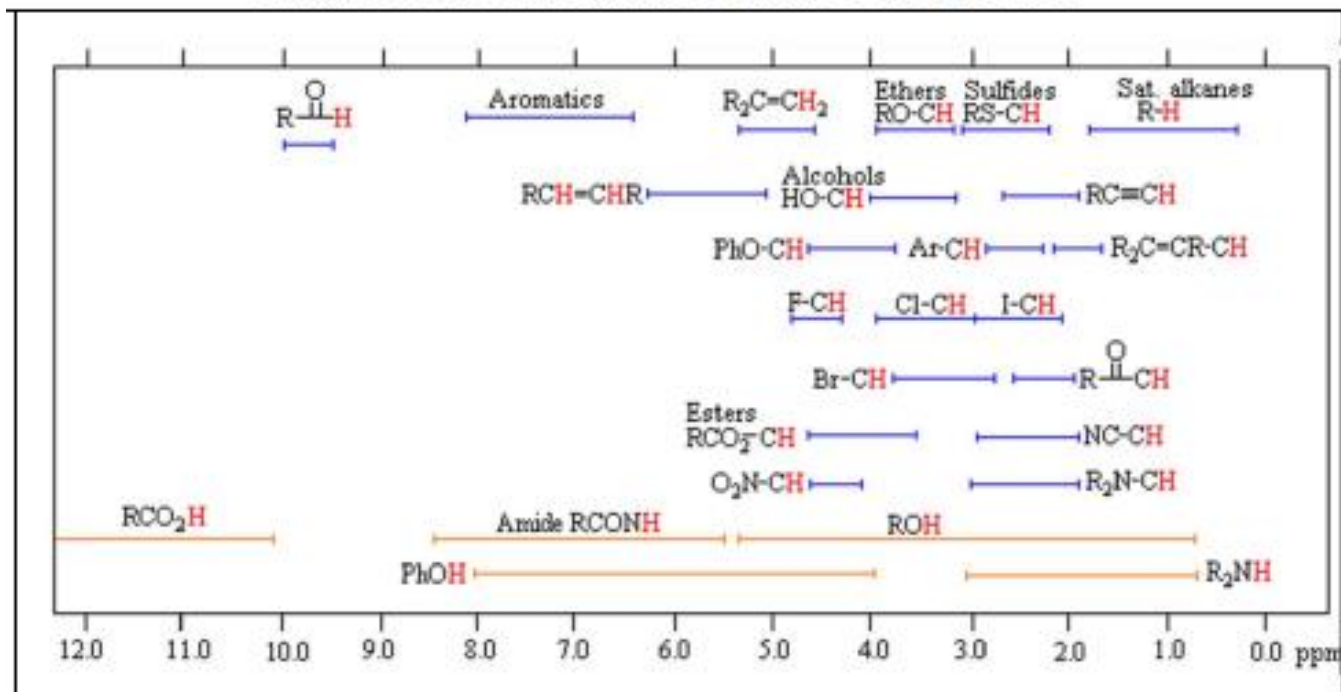


Grupo funcional	Banda <sup>a</sup>	(cm <sup>-1</sup> )
Alcoholes	O-H t	~3650 o 3400-3300
	C-O t	1260-1000
Éteres	C-O-C t (dialquil)	1300-1000
	C-O-C t (diaril)	~1250 y ~1120
Aldehídos	C-H t (aldehído)	~2850 y ~2750
	C=O t	~1725
Cetonas	C=O t	~1715
	C-C t	1300-1100
Ácidos carboxílicos	O-H t	3400-2400
	C=O t	1730-1700
	C-O t	1320-1210
	O-H d	1440-1400
Ésteres	C=O t	1750-1735
	C-C(O)-C t (acetatos)	1260-1230
	C-C(O)-C st (el resto)	1210-1160
Cloruros de ácidos	C=O t	1810-1775
	C-Cl st	730-550
Anhídridos	C=O t	1830-1800 y 1775-1740
	C-O t	1300-900
Aminas	N-H t	3500-3300
	N-H d	1640-1500
	C-N t (alquil)	1200-1025
	C-N t (aril)	1360-1250
	N-H d	~800
Amidas	N-H t	3500-3180
	C=O t	1680-1630
	N-H d	1640-1550
	N-H d (1o)	1570-1515



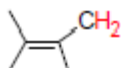
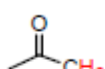
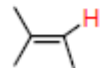
Grupo funcional	Banda <sup>a</sup>	(cm <sup>-1</sup> )
Nitrilos	C,N t (triple enlace)	~2250
Isocianatos	-N=C=O t	~2270
Isotiocianatos	-N=C=S t	~2125
Iminas	R <sub>2</sub> C=N-R t	1690-1640
Grupos nitro	-NO <sub>2</sub> (alifáico)	1600-1530 y 1390-1300
	-NO <sub>2</sub> (aromático)	1550-1490 y 1355-1315
Mercaptanos	S-H t	~2550
Sulfóxidos	S=O t	~1050
Sulfonas	S=O t	~1300 y ~1150
Sulfonatos	S=O t	~1350 y ~11750
	S-O t	1000-750
Fosfinas	P-H t	2320-2270
	PH d	1090-810
Óxidos de fosfina	P=O t	1210-1140

## ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE PROTÓN

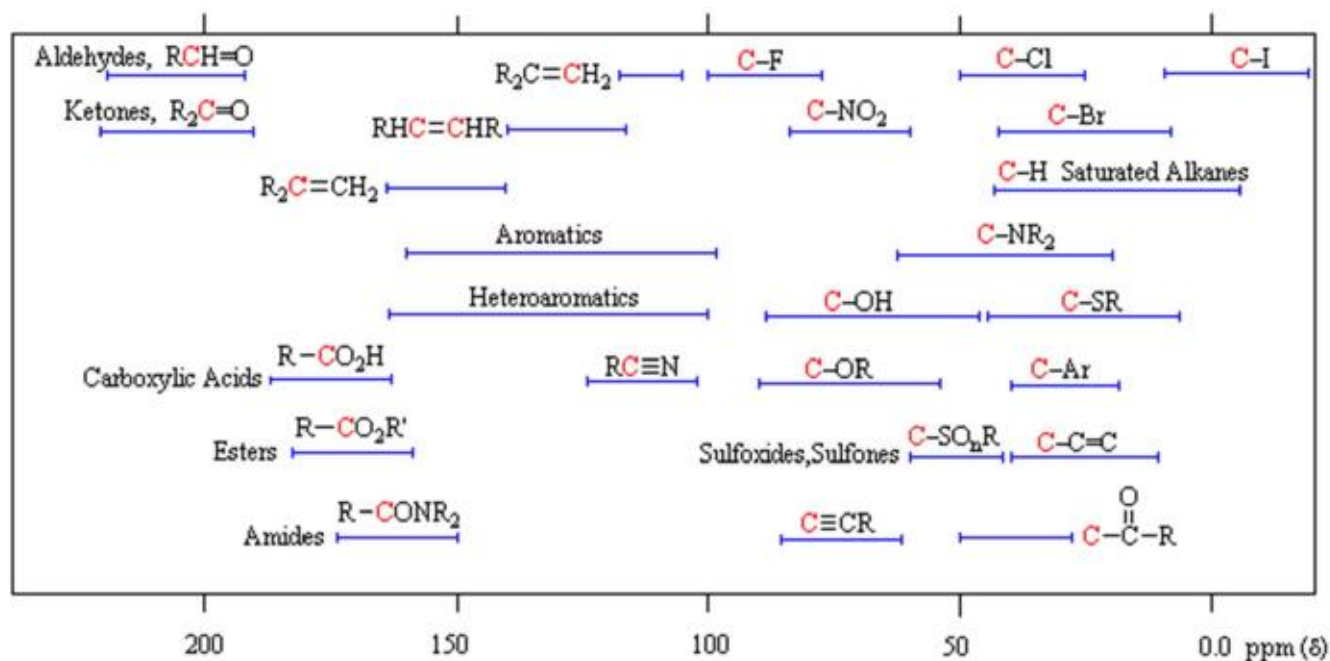
**Rangos de desplazamientos químicos de protones\***




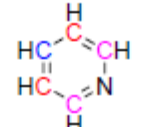
**Tabla resumen de desplazamientos químicos**

tipo de protón	Despl.químico ( $\delta$ )	tipo de protón	Despl.químico ( $\delta$ )
$-\text{CH}_3$	0.7-1.3		9.5-10.0
$-\text{CH}_2-$	1.2-1.4		10.0-12.0
$-\text{CH}$	1.4-1.7	$-\text{C}-\text{OH}$	1.0-6.0
	1.5-2.5	$\text{O}-\text{C}-\text{H}$	3.3-4.0
	2.1-2.6	$-\text{C}-\text{NH}_2$	1.5-4.0
$-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	2.5-3.1	$\text{Cl}-\text{C}-\text{H}$	3.0-4.0
$\text{Ar}-\text{H}$	6.0-9.0	$\text{Br}-\text{C}-\text{H}$	2.5-4.0
	4.5-6.5	$\text{I}-\text{C}-\text{H}$	2.0-4.0

## ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE CARBONO



**Tabla resumen de desplazamientos químicos**

Compuesto	Desplazamiento (ppm)	Compuesto	Desplazamiento (ppm)
CH <sub>4</sub>	-2.1	CH <sub>2</sub> =C=CH <sub>2</sub>	73.9 208.5
CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	7.3	CH <sub>3</sub> CHO	31.2 200.5
CH <sub>3</sub> OH	40.2	CH <sub>3</sub> COOH	20.6 178.1
CH <sub>3</sub> Cl	25.6	CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	30.7 206.7
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	52.9		
CHCl <sub>3</sub>	77.3		128.5
CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl	11.5 26.5 46.7		123.7 135.9 149.8
CH <sub>2</sub> =CH <sub>2</sub>	123.3		

**PROBLEMA 3.- (2 puntos)**

Se está analizando la concentración presente de dióxido de nitrógeno en el aire en el centro de una ciudad con un nuevo método de análisis. Los resultados obtenidos son los siguientes:

[NO <sub>2</sub> ] (ppm)	110	104	100	110	80	98	106	107
-----------------------------	-----	-----	-----	-----	----	----	-----	-----

- a) Localizar y evaluar los posibles resultados dudosos (para un nivel de confianza del 95%). (0.4 puntos)
- b) Para la validación de este método novedoso también se ha realizado el análisis con el método de referencia, obteniendo los siguientes resultados:

[NO <sub>2</sub> ] (ppm)	108	104	100	108	103	99	104
-----------------------------	-----	-----	-----	-----	-----	----	-----

Establezca si los dos métodos tienen la misma precisión. (0.85 puntos)

- c) Determine si las medias de ambos métodos difieren o no significativamente. (0.75 puntos)

VALORES DE <i>t</i> PARA VARIOS NIVELES DE PROBABILIDAD					
Grados de libertad	Factor para el intervalo de confianza				
	80%	90%	95%	99%	99.9%
1	3,08	6,31	12,7	63,7	637
2	1,89	2,92	4,30	9,92	31,6
3	1,64	2,35	3,18	5,84	12,9
4	1,53	2,13	2,78	4,60	8,60
5	1,48	2,02	2,57	4,03	6,86
6	1,44	1,94	2,45	3,71	5,96
7	1,42	1,90	2,36	3,50	5,40
8	1,40	1,86	2,31	3,36	5,04
9	1,38	1,83	2,26	3,25	4,78
10	1,37	1,81	2,23	3,17	4,59
11	1,36	1,80	2,20	3,11	4,44
12	1,36	1,78	2,18	3,06	4,32
13	1,35	1,77	2,16	3,01	4,22
14	1,34	1,76	2,14	2,98	4,14
∞	1,29	1,64	1,96	2,58	3,29



Datos: fórmulas y tablas estadísticas para la realización del ejercicio. Seleccione las necesarias:

$$s^2 = \frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2}{((n_1 - 1) + (n_2 - 1))}$$

$$t_o = \frac{(\bar{x} - \mu)\sqrt{n}}{s}$$

$$\tau = n_1 + n_2 - 2$$

$$t_o = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{\sqrt{s^2\left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)}}$$

$$F_0 = \frac{s_1^2}{s_2^2}$$

$$\tau = \frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1}\right)^2}{n_1+1} + \frac{\left(\frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{n_2+1}} - 2$$

$$t_o = \frac{(\bar{x}_1 - \bar{x}_2)}{\sqrt{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)}}$$

$$t_o = \frac{\bar{x}_d\sqrt{n}}{s_d}$$

**Tabla A.3.** Valores críticos de  $F$  para un contraste de una cola ( $P = 0.05$ ).

$v_2$	$v_1$												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.745	8.703	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.912	5.858	5.803
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.678	4.619	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.000	3.938	3.874
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.575	3.511	3.445
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.284	3.218	3.150
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.073	3.006	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.913	2.845	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.788	2.719	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.687	2.617	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.604	2.533	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.534	2.463	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.475	2.403	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.425	2.352	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.381	2.308	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.342	2.269	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.308	2.234	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.278	2.203	2.124

$v_1$  = número de grados de libertad del numerador y  $v_2$  = número de grados de libertad del denominador.

**VALORES DE  $F$  PARA VARIOS NIVELES DE PROBABILIDAD**

**Tabla A.4.** Valores críticos de  $F$  para un contraste de dos colas ( $P = 0.05$ ).

$v_2$	$v_1$												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20
1	647.8	799.5	864.2	899.6	921.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	976.7	984.9	993.1
2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.41	39.43	39.45
3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.34	14.25	14.17
4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.751	8.657	8.560
5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.525	6.428	6.329
6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.366	5.269	5.168
7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.666	4.568	4.467
8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.200	4.101	3.999
9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.868	3.769	3.667
10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.621	3.522	3.419
11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.430	3.330	3.226
12	6.554	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.277	3.177	3.073
13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.153	3.053	2.948
14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	3.209	3.147	3.050	2.949	2.844
15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.963	2.862	2.756
16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.889	2.788	2.681
17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.825	2.723	2.616
18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.769	2.667	2.559
19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.720	2.617	2.509
20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.676	2.573	2.464

$v_1$  = número de grados de libertad del numerador y  $v_2$  = número de grados de libertad del denominador.

VALORES CRÍTICOS DE COCIENTE $Q^*$ DE RECHAZO			
Número de obser- vaciones			
	90% confianza	95% confianza	99% confianza
3	0,941	0,970	0,994
4	0,765	0,829	0,926
5	0,642	0,710	0,821
6	0,560	0,625	0,740
7	0,507	0,568	0,680
8	0,468	0,526	0,634
9	0,437	0,493	0,598
10	0,412	0,466	0,568

\*Reproducido de D.B. Rorabacher, *Anal. Chem.*, 1991, 63, 139. Por cortesía de la American Chemical Society.

SUPUESTO PRÁCTICO Nº 1 (2.5 puntos)

Se tiene una muestra de una mezcla alcalina cuyos posibles componentes (aparte de inertes) pueden ser: hidróxido de sodio (sosa), trioxocarbonato (IV) de sodio (carbonato de sodio) y carbonato ácido de sodio (hidrogenocarbonato de sodio).

Para realizar el correspondiente análisis se pesan 2,50 gramos de la misma, se disuelven en agua destilada y se lleva a un volumen total de 250,00 mL.

A continuación, una alícuota de 10,00 mL de esta disolución se valora por triplicado con ácido clorhídrico 0,12 N, gastando 16,40 mL, 16,50 mL y 16,30 mL, usando como indicador fenoftaleína.

Otra alícuota de 10,00 mL se valora con la misma disolución de ácido clorhídrico, también por triplicado, gastando 18,50 mL, 18,50 mL y 18,40 mL, esta vez usando como indicador naranja de metilo.

- a) Realice un esquema del procedimiento descrito. (0.25 puntos)
- b) Elabore un listado del material necesario de uso común para llevar a cabo el desarrollo del procedimiento en el laboratorio, indicando: nombre, capacidad (en el caso que sea necesario) y número de unidades. Indicar también instrumentos o equipos necesarios (0.25 puntos)
- c) Determine las especies alcalinas presentes en la muestra. (0.75 puntos)
- d) Determine los porcentajes en masa de las especies mencionadas en el apartado anterior. (1.25 puntos)

Datos: Masas atómicas: H:1,01; O:16; Na:22,99; C:12,01; Cl: 35,45

### SUPUESTO PRÁCTICO Nº 2 (2.5 puntos)

Para el control microbiológico de una muestra de salchichón de pavo se requiere realizar un recuento del patógeno entérico *Escherichia Coli*.

Para ello se toman 10,0 g de muestra y se depositan en un material adecuado para su tratamiento, junto con un litro necesario de agua de peptona tamponada (concentración de rehidratación 20 g por litro de agua), se mezclan por agitación en el equipo correspondiente. De esta mezcla se realiza una dilución decimal seriada, hasta un nivel de dilución de  $10^{-6}$ .

Se siembran dos placas de Petri por cada nivel de dilución utilizando la técnica de inclusión en masa. (Medio de cultivo: Luria Bertani (LB) sirve como medio de enriquecimiento. Concentración de rehidratación 20 g por litro de agua). Para confirmar que es *Escherichia Coli* se realiza un test IMViC utilizando una colonia aislada.

#### Recuentos de las placas:

Placa / nivel de dilución	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-4}$	$10^{-5}$	$10^{-6}$
P - 1	>	>	458	53	2	0
P - 2	>	>	479	40	5	0

A1. Materiales (tipo y nº de unidades) y equipamiento necesario para realizar este ensayo. (0.5 puntos)

A2. Volúmenes de medios necesarios y cantidades para su preparación, sin exceso (solo del recuento de bacterias). Nota se dispone de placas de Petri de 100 mm (0.25 puntos)

A3. Realizar el esquema del análisis con todos los datos necesarios para poder desarrollarlo: Tiempos, temperaturas, diluciones, volúmenes de inóculos, situaciones especialmente reseñables, etc. (0.5 puntos)

A4. Calcular las UFC's por gramo de muestra. (0.25 puntos)

A5. ¿Los resultados del INViC realizado son compatibles con presencia de *Escherichia Coli*? (0.5 puntos)

#### Resultados teóricos del INViC para la identificación de la bacteria:

Bacteria Prueba	Indol	Rojo-Metilo	Voges - P	Citrato S
E. Coli	+	+	-	-

### Resultados IMViC del ensayo:



#### A6. Cuestionario de prácticas (0.5 puntos)

1. ¿Qué tamaño de poro ha de tener un filtro estéril para un análisis microbiológico de aguas?
2. Nombrar el colorante de contraste empleado en la tinción de esporas.
3. ¿Con cuántos aumentos se observan las bacterias gram (-) al microscopio?
4. Nombrar el colorante utilizado en la tinción de levaduras.
5. Indicar como se esteriliza un asa de Digrafsky.
6. Indicar la concentración en peptona que debe tener una solución de APT (agua de peptona tamponada) para realizar diluciones en un banco de diluciones.
7. Nombrar el instrumento con el que se realizan las siembras por extensión en superficie.
8. Realizar un dibujo esquemático de una siembra por agotamiento.