

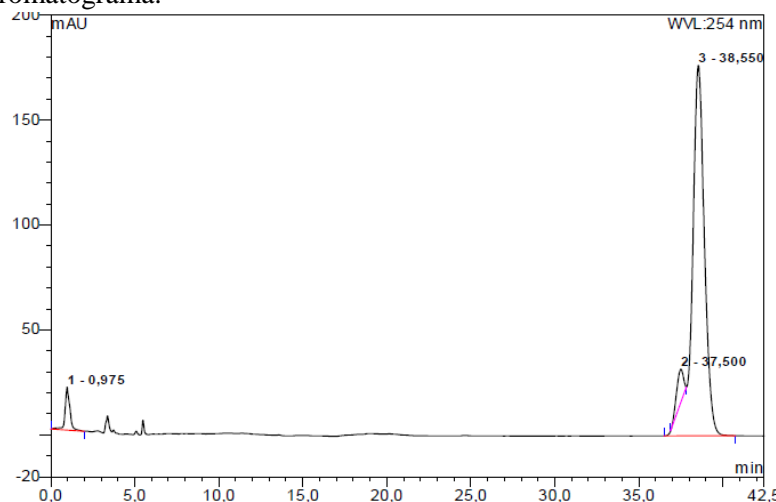
TERCER EJERCICIO DEL PROCESO SELECTIVO POR EL SISTEMA DE ACCESO LIBRE PARA INGRESO EN LA ESCALA DE TÉCNICOS ESPECIALIZADOS DE LOS ORGANISMOS PÚBLICOS DE INVESTIGACIÓN, CONVOCADO POR RESOLUCION DE 21 DE FEBRERO DE 2023 (BOE Nº 47 DE 24 DE FEBRERO).

ESPECIALIDAD: M2: Análisis Químico

SUPUESTO PRÁCTICO 1:

Cuestiones:

1. Describa el procedimiento experimental para llevar a cabo una de las siguientes técnicas experimentales, detallando qué material de laboratorio sería necesario. Elija una entre las tres siguientes: destilación, extracción líquido-líquido o cristalización. (6 puntos)
2. En el laboratorio en el que trabaja solicitan el análisis de una muestra por HPLC-Masas. El usuario le indica que ha intentado llevar a cabo su separación y ha obtenido el siguiente cromatograma.



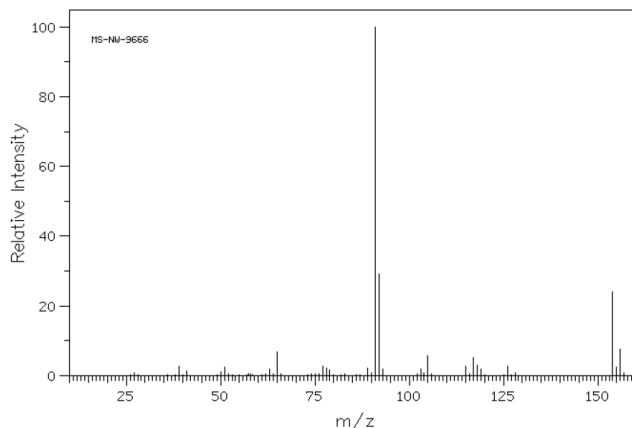
El análisis se llevó a cabo empleando una columna de fase reversa C-18 utilizando como fase móvil una mezcla acetonitrilo:agua 20:80 en modo isocrático durante todo el análisis.

Al usuario le interesan únicamente los picos 2 y 3, pero solicita que se cambien las proporciones de los disolventes para que estos picos salgan a tiempos de retención menores.

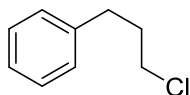
- a) Explique razonadamente qué cambio realizaría en la proporción de los disolventes para este fin utilizando una columna similar de fase reversa C-18 (trabajando en modo isocrático). (1 punto)
- b) Explique cuál es la diferencia entre una elución isocrática y una elución en gradiente. (2 puntos)
- c) Describa cómo llevaría a cabo la preparación de la muestra desde su recepción (el usuario se la envía como un sólido blanco en un vial) hasta su inyección en el HPLC, en dos casos distintos, tanto si la inyección se hace de forma manual como si el HPLC cuenta con un inyector automático. (3 puntos)

3. Tras llevar a cabo la separación descrita en la cuestión anterior, se obtuvo el espectro de masas correspondiente al pico mayoritario 3, que se muestra a continuación:

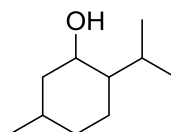
<u>m/z</u>	<u>Int. Rel.</u>
39.0	2.8
41.0	1.2
50.0	1.0
51.0	2.5
63.0	1.9
65.0	6.7
77.0	2.8
78.0	2.2
79.0	1.6
89.0	2.2
91.0	100.0
92.0	29.2
93.0	1.9
103.0	2.0
105.0	5.8
115.0	2.7
117.0	5.2
118.0	3.0
119.0	1.8
126.0	2.6
154.0	23.9
155.0	2.4
156.0	7.7



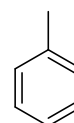
- Identifique el pico base y el ión molecular de dicho espectro de masas. (2 puntos)
- Indique qué tipo de ionización se ha utilizado para llevar a cabo este análisis teniendo en cuenta que se produce una elevada fragmentación. (1 punto)
- Establezca de forma razonada a cuál de los siguientes compuestos corresponde dicho espectro de masas. (3 puntos)



(A) MW=154



(B) MW=156

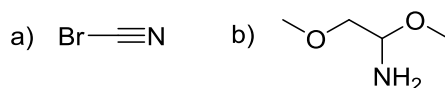
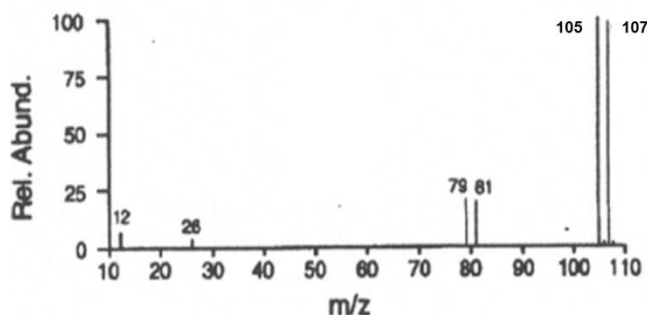


(C) MW=92

4. Relacione cada uno de los siguientes materiales o equipos con su técnica correspondiente. (6 puntos)
- Pastilla de KBr
 - IR (Espectroscopía Infrarroja)
 - HPLC (Cromatografía de líquidos de alta resolución)
 - Espectrometría de masas
 - GC (Cromatografía de gases)
 - Columna con fase estacionaria quiral
 - IR (Espectroscopía Infrarroja)
 - HPLC (Cromatografía de líquidos de alta resolución)
 - Microscopía electrónica
 - Difracción de Rayos X
 - Cañón de electrones
 - IR (Espectroscopía Infrarroja)
 - HPLC (Cromatografía de líquidos de alta resolución)
 - Microscopía electrónica
 - Microscopía óptica

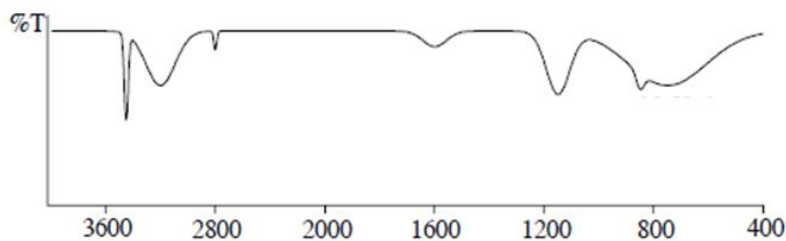


5. Si tras el análisis de una muestra se obtiene el siguiente espectro de masas, ¿podría saber si el compuesto corresponde a una de estas dos moléculas (ambas con el mismo peso molecular) o por el contrario serían indistinguibles por esta técnica y sería necesario utilizar algún otro método de análisis? Justifique razonadamente su respuesta (3 puntos)

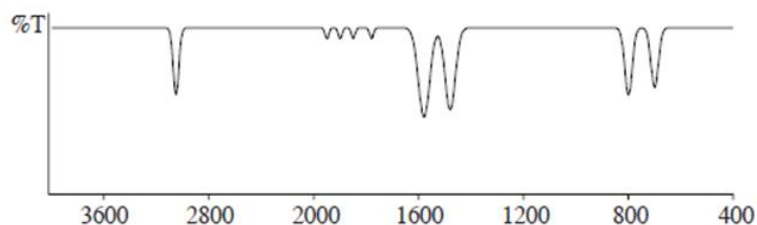


6. Relacione cada uno de los siguientes espectros de IR con el tipo de compuesto al que corresponde (amina secundaria, hidrocarburo aromático o alcano cíclico), indicando en cada caso las señales más características de cada espectro. (3 puntos)

A)



B)



C)

