



MINISTERIO
DE CIENCIA, INNOVACIÓN
Y UNIVERSIDADES

PRUEBAS SELECTIVAS PARA INGRESO COMO PERSONAL LABORAL FIJO

GRUPO PROFESIONAL: M3

ESPECIALIDAD: INVESTIGACIÓN

**PROGRAMA: TÉCNICAS DE DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE
MATERIALES**

EJERCICIO PRÁCTICO

INSTRUCCIONES:

1. **No abra este cuestionario hasta que se lo indiquen.**
2. Este examen consta de tres casos prácticos, deberá **elegir dos de ellos.**
3. El tiempo de realización de este ejercicio es de **tres horas.**

GRUPO PROFESIONAL: M3

ESPECIALIDAD: INVESTIGACIÓN

PROGRAMA: TÉCNICAS DE DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

EJERCICIO 1

Una planta de procesamiento de minerales auríferos genera un agua residual rica en níquel y en sólidos disueltos, que es necesario depurar antes de su vertido a un lago próximo. El responsable de la depuración del agua debe controlar múltiples factores, entre ellos el pH del agua y la concentración de níquel disuelto. Para ello debe realizar las tareas que se detallan a continuación:

a) Medida y regulación del pH (10 puntos)

El proceso de depuración requiere, para su correcto funcionamiento, que el pH del agua residual sea aproximadamente 7. Para conseguirlo, el analista debe tomar cada día una muestra representativa de agua, medir su pH, y según el valor obtenido añadir ácido o base hasta que consiga llegar al valor requerido de 7. En un momento determinado se ha generado una cantidad total de agua residual de 20000 L, se toma una muestra representativa de 250 mL, y al medir su pH se obtiene un valor de 2.85. Se pide:

- a.1) Describir el procedimiento que se debe seguir para medir correctamente el pH de la muestra, así como para llevar el pH de dicha muestra de agua a un valor de 7.
- a.2) Calcular la cantidad necesaria del reactivo neutralizante puro que debe utilizarse para llevar los 20000 L de agua residual a un valor de 7, considerando que para neutralizar la muestra del apartado anterior se han consumido 5.4 g de disolución de reactivo neutralizante al 0.25%.

Nota: Se dispone de un pH-metro, disoluciones de calibración para el pH-metro, y disoluciones de HCl al 0.25% en peso y NaOH al 0.25% en peso, como reactivos neutralizantes.

b) Níquel disuelto mediante espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-Vis) (10 puntos)

La determinación de níquel disuelto (Ni^{2+}) se llevará a cabo sobre muestras de agua filtradas, y midiendo en un espectrofotómetro UV-Vis la absorbancia (A) del complejo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, que tiene un $\lambda_{\text{max}} = 570 \text{ nm}$.

En primer lugar, y con objeto de poder calcular un valor medio de la absortividad molar (ϵ) del complejo de níquel, se procede a preparar muestras patrón del complejo a distintas concentraciones, según se indica en la tabla siguiente:

Reactivo	Patrón 1	Patrón 2	Patrón 3	Patrón 4
$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 M	0.10 mL	0.20 mL	0.40 mL	0.80 mL
NH_4NO_3 2.0 M	3.90 mL	3.80 mL	3.60 mL	3.20 mL
NH_4OH 5.0 M	1.00 mL	1.00 mL	1.00 mL	1.00 mL
Absorbancia medida (UA)	0.120	0.195	0.441	0.810



En esta misma tabla se encuentran los valores de absorbancia medidos usando una cubeta de cuarzo con un paso óptico (l) de 1 cm, y a una longitud de onda de 570 nm.

Se repite el mismo procedimiento para la muestra de agua, tomando en este caso 0.50 ml de la muestra de agua, 3.50 ml de NH_4NO_3 2 M y 1.00 ml de NH_4OH 5 M. El valor medio de absorbancia obtenido para 4 determinaciones es de 0.625 UA.

Se pide:

- b.1) Obtener el valor medio de la absortividad molar del complejo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ a partir de los datos de absorbancia de la tabla anterior, considerando que se cumple la ley de Lambert-Beer.
- b.2) Calcular la concentración molar media de Ni^{2+} en la muestra de agua.
- b.3) Razonar porqué se elige la longitud de onda de 570 nm para la cuantificación de níquel.

Nota: en las condiciones descritas en este ejercicio no son relevantes las reacciones parásitas, y puede considerarse que todo el Ni^{2+} presente se encuentra en forma de complejo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$



EJERCICIO 2

En un laboratorio de preparación de materiales, después de un proceso sintético, se obtiene una muestra orgánica en sólido, que contiene C, H, N y O, y presenta solubilidad en disolventes orgánicos. Una vez purificada y aislada la muestra, se procede a la caracterización utilizando las técnicas espectroscópicas de Infrarrojo (FT-IR) y Resonancia Magnética Nuclear (RMN), principalmente.

Sobre las dos técnicas de caracterización mencionadas, responda a las siguientes preguntas:

- 1) **¿Cómo prepararías la muestra para cada una de las técnicas elegidas y qué equipos y material necesitas en cada caso?**
- 2) **¿Se necesita algún protocolo de seguridad para usar la técnica o para la manipulación de la muestra?**
- 3) **¿Qué información se obtiene de cada una de las técnicas y cómo interpretas los resultados para así poder elaborar un informe?**

Nota 1: Si realiza algún gráfico o dibujo, descríballo por escrito.



EJERCICIO 3

En un laboratorio de preparación de materiales debe realizarse una valoración ácido-base para calcular la acidez total de una muestra líquida tomada en campo, cuyo pH original es de 2,7. Durante esta valoración, se obtiene un precipitado como consecuencia del aumento de pH hasta el valor de 8,3 utilizado como referencia. Este precipitado también debe muestrearse y caracterizarse mediante difracción de rayos-X (DRX) y transmisión electrónica (TEM).

En primer lugar, explique cómo realizaría la valoración, y qué materiales necesitaría. A continuación, sobre las dos técnicas de caracterización mencionadas, responda a las siguientes preguntas:

- 1) **¿Cómo prepararías la muestra para cada una de las técnicas elegidas y qué equipos y material necesitas en cada caso?**
- 2) **¿Se necesita algún protocolo de seguridad para usar la técnica o para la manipulación de la muestra?**
- 3) **¿Qué información se obtiene de cada una de las técnicas y cómo interpretas los resultados para así poder elaborar un informe?**

Nota 1: Si realiza algún gráfico o dibujo, descríbalos por escrito.