# Supuesto Práctico 1

En un vaso de precipitados de 250 mL se añaden 100 mL de agua destilada y se introducen 5 bolsitas de té de 2g cada una. Se calienta hasta ebullición y después se deja hervir durante 5 min. A cabo de este tiempo la mezcla se deja reposar durante 5 minutos y con ayuda de la cápsula de porcelana y la cuchara se extrae de las bolsitas la mayor cantidad posible de agua, teniendo cuidado de no romperlas, una vez que se hayan enfriado lo suficiente para manejarlas. La solución se deja enfriar a temperatura ambiente y se extrae tres veces con porciones de 20 mL de diclorometano, agitando el embudo suavemente para reducir la formación de emulsiones. Las tres porciones de diclorometano se juntan y se extrae la fase orgánica resultante con 30 mL de una disolución de NaOH acuoso al 5%, después con 30mL de salmuera, y 30mL de agua destilada. La fase orgánica y las posibles emulsiones se secan con sulfato magnésico anhidro. A partir de este momento, todo el material utilizado debe estar rigurosamente seco. Una vez seca la disolución, se filtra y se lava el desecante con 10 mL de diclorometano. El disolvente es eliminado a presión reducida. Se pesa el residuo y se calcula el porcentaje en peso de cafeína en el té utilizado. La cafeína obtenida puede purificarse por cristalización con acetona y hexano o por sublimación. Los cristales de la cafeína tienen forma de agujas con un punto de fusión de 235°C.

**Responda a las siguientes cuestiones:**

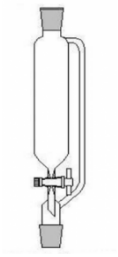
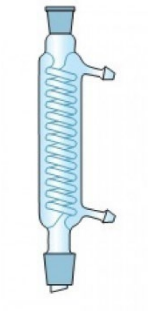
1. ¿Por qué es necesario enfriar la disolución acuosa antes de realizar la extracción con diclorometano?
    a. Porque la cafeína es más soluble en agua caliente que en fría
    b. Realmente no afecta a la extracción, pero se puede quemar el estudiante
    c. Porque podrían producirse pérdidas de disolvente.
    d. Porque afectaría a los volúmenes y capacidad del embudo de extracción.

2. ¿Qué pasaría si en vez de extraer con tres porciones de 20mL de diclorometano, se extrajera con una de 60mL?
    a. La extracción con 60mL, extraería más cafeína y menos impurezas
    b. La extracción con 60mL, extraería menos cafeína y más impurezas
    c. La extracción con 60mL, extraería más cafeína y más impurezas
    d. La extracción con 60mL, extraería menos cafeína y menos impurezas

3. ¿Qué material de laboratorio emplearías para secar la fase orgánica con sulfato magnésico?
    a. Vaso de precipitados
    b. Matraz erlenmeyer
    c. Matraz redondo
    d. Matraz aforado

4. ¿Qué embudo y qué filtro emplearías para filtrar el sulfato magnésico?
    a. Embudo alemán y filtro de pliegues
    b. Embudo büchner y filtro de pliegues
    c. Embudo alemán y filtro cónico
    d. Embudo büchner y filtro cónico

5. ¿Qué otro desecante se podría utilizar como alternativa al sulfato magnésico en el caso práctico?
    a. Sulfato sódico deshidratado
    b. Ácido sulfúrico deshidratado
    c. Cloruro de magnesio deshidratado
    d. No es posible utilizar ninguno de los anteriores

6. ¿Cuál de los siguientes elementos es un embudo de extracción, empleado en esta práctica?
    a.
    b. 
    c.
    d. 

7. ¿Por qué se extrae con disolución de NaOH al 5%?
    a. Para eliminar las impurezas ácidas
    b. Para extraer la cafeína que tiene carácter ácido
    c. Para extraer la cafeína que tiene carácter básico
    d. Para eliminar las impurezas básicas

8. Durante la extracción pueden formarse emulsiones, si se forman ¿cómo podrías reducirlas?
    a. Añadiendo un poco de disolución de salmuera
    b. Añadiendo un poco de disolución de ácido
    c. Añadiendo un poco de disolución de sosa
    d. Añadiendo más diclorometano

9. Después de la extracción, los residuos de la fase acuosa, ¿dónde se desechan?
    a. Disoluciones orgánicas con compuestos halogenados
    b. Disoluciones acuosas con compuestos orgánicos
    c. Disoluciones acuosas con compuestos básicos
    d. Disoluciones orgánicas con compuestos no halogenados

10. ¿Cómo se elimina el disolvente a presión reducida?
    a. Empleando un rotavapor
    b. Empleando una bomba de vacío y un kitasato
    c. Empleando una bomba de vacío y un matraz redondo
    d. Calentando en un vaso de precipitados

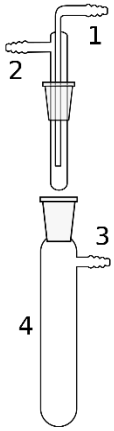
11. ¿Qué ventaja presenta eliminar el disolvente a presión reducida?
    a. Disminuye la presión de vapor del disolvente y se evapora antes
    b. Disminuye la temperatura de ebullición y se evapora antes
    c. Aumenta la temperatura de ebullición y se evapora antes
    d. Aumenta la presión de vapor del disolvente y se evapora antes

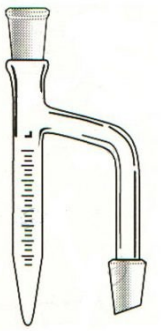
12. Si se obtienen 150mg de cafeína
    a. El rendimiento es de 1.5%
    b. La concentración de cafeína por bolsa es del 1.5%
    c. La cantidad de cafeína por bolsa es de menos de 30mg
    d. Que la extracción ha sido poco eficiente ya que está lejos del 100% de rendimiento

13. Para recristalizar la cafeína se emplea una mezcla de acetona y hexano.
    a. Significa que la cafeína es más soluble en acetona que en hexano
    b. Significa que la cafeína es más soluble en hexano que en acetona
    c. Significa que la cafeína es muy soluble en ambos
    d. Significa que la cafeína es muy poco soluble en ambos

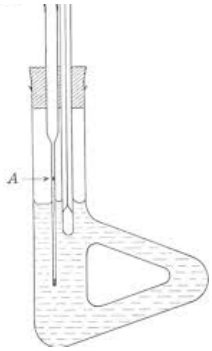
14. Una vez recristalizada la cafeína,
    a. Se filtra con un embudo büchner
    b. Se deja evaporar el disolvente
    c. Se filtra con un embudo alemán
    d. Se cogen los cristales con unas pinzas

15. La sublimación de la cafeína se debe de hacer con un dedo frío, ¿cuál de los siguientes materiales de laboratorio es un dedo frío?

a. 


b. 

c.

d. 

## Supuesto Práctico 2

La determinación cuantitativa y cualitativa de benzodiacepinas en muestras biológicas corresponde con una sesión práctica de la asignatura de Toxicología del grado de Farmacia y que es responsabilidad del área de química inorgánica de la UCLM. Esta sesión práctica posee tres apartados muy diferenciados:

**A. Preparación de las muestras biológicas: sangre y orina.**

**B. Screening de benzodiazepinas en orina.** Para ello se utiliza Cromatografía en capa fina (CCF) para realizar un screening de la potencial benzodiacepina que actúa como xenobiótico. Este screening se realiza en orina.

**C. Determinación cuantitativa de benzodiazepinas en sangre.** Una vez extraída la benzodiacepina mediante filtración en fase sólida (SPE), y utilizando la técnica del patrón interno se cuantificará mediante el análisis de los cromatogramas obtenidos mediante cromatografía líquida de alta resolución (HPLC).

Responde a las siguientes cuestiones:

16. La cromatografía en capa fina consiste en:
    a. una técnica cromatográfica que utiliza una placa inmersa verticalmente en una fase móvil. Esta placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria polar adherida a una superficie sólida.
    b. una técnica cromatográfica que utiliza una placa inmersa verticalmente en una fase móvil. Esta placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria apolar adherida a una superficie sólida.
    c. una técnica cromatográfica que utiliza una placa inmersa verticalmente en una fase estacionaria. Esta placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria polar adherida a una superficie sólida.
    d. una técnica cromatográfica que utiliza una placa inmersa horizontalmente en una fase móvil. Esta placa cromatográfica consiste en una fase estacionaria apolar adherida a una superficie sólida.

17. Para llevar a cabo la determinación cualitativa de benzodiacepinas, debe de realizarse una extracción líquido-líquido con diclorometano. Indica la afirmación correcta.
    a. La benzodiacepina permanece en la fase acuosa que es la fase superior.
    b. La benzodiacepina se transfiere a la fase orgánica que es la fase inferior.
    c. La benzodiacepina se transfiere a la fase orgánica que es la fase superior.
    d. La benzodiacepina permanece en la fase acuosa que es la fase inferior.

18. Para la identificación de la benzodiacepina, se procede a realizar una cromatografía en capa fina utilizando como eluyente una mezcla de $CH_3Cl$:Acetona 80:20. Al terminar, la mezcla de disolventes debe de gestionarse adecuadamente. Indica la afirmación correcta:
    a. Los disolventes al ser inmiscible se separan por extracción y posteriormente se gestionan ambos disolventes de manera independiente.
    b. Se procede a una cromatografía en capa fina para separar ambos disolventes y proceder a su gestión de manera independiente.
    c. La mezcla se gestiona como disolvente halogenado.
    d. La mezcla se gestiona como disolvente no halogenado.

19. Tras realizar la cromatografía en capa fina y calcular el Rf, se propondrá la benzodiacepina sobre la que llevar la cuantificación en sangre. El Rf se define como:
    a. la distancia recorrida por un componente multiplicada por la distancia total recorrida por el disolvente. Su valor se encuentra siempre entre cero y uno.
    b. la distancia recorrida por un componente dividida por la distancia total recorrida por el disolvente. Su valor se encuentra siempre entre cero y dos.
    c. la distancia recorrida por el disolvente dividido por la distancia total recorrida por el componente. Su valor se encuentra siempre entre cero y uno.
    d. la distancia recorrida por un componente dividida por la distancia total recorrida por el disolvente. Su valor se encuentra siempre entre cero y uno.

20. Una vez realizado el screening de benzodiacepinas se procede a su cuantificación en sangre. Para ello se utiliza cromatografía líquida de alta resolución de fase inversa o reversa. Esta técnica consiste en:
    a. una fase estacionaria polar (columna) y una fase móvil de polaridad moderada. Los componentes de la disolución emigran de acuerdo con las interacciones no-covalentes de los compuestos con la columna.
    b. una fase estacionaria no polar (columna) y una fase móvil de polaridad moderada. Los componentes de la disolución emigran de acuerdo con las interacciones no-covalentes de los compuestos con la columna.
    c. una fase estacionaria polar (columna) y una fase móvil de polaridad moderada. Los componentes de la disolución emigran de acuerdo con las interacciones covalentes de los compuestos con la columna.
    d. una fase estacionaria polar (columna) y una fase móvil de polaridad moderada. Los componentes de la disolución emigran de acuerdo con las interacciones covalentes y no-covalentes de los compuestos con la columna.

21. Un HPLC contiene como elementos imprescindibles
    a. Contenedor de disolventes; bomba; detector; zona de inyección
    b. Contenedor de disolventes; detector; lampara infrarroja; zona de inyección
    c. Contenedor de disolventes; bomba; zona de extracción de muestra; detector
    d. Contenedor de disolventes; bomba; detector; placa de cromatografía en capa fina.

22. Para la extracción de benzodiacepinas se utiliza una extracción en fase sólida (SPE), esta técnica consiste
    a. en pasar una muestra disuelta a través de un cartucho, que contiene un relleno de un material que extrae selectivamente los compuestos que pueden producir interferencias en el análisis, desechando así el compuesto de interés.
    b. en pasar una muestra sólida a través de un cartucho, que contiene un relleno de un material que extrae selectivamente el analito de interés, desechando así los compuestos que pueden producir interferencias en el análisis
    c. en pasar una muestra disuelta a través de un cartucho, que contiene un relleno de un material que extrae selectivamente el analito de interés, desechando así los compuestos que pueden producir interferencias en el análisis.
    d. en pasar una muestra disuelta a través de un cartucho, que contiene un relleno de un material que extrae selectivamente los compuestos y las interferencias en el análisis.

23. Antes de llevar a cabo la extracción en fase sólida, al plasma se le adiciona una disolución de $Na_2CO_3$. Esta disolución se le añade para:
    a. Estabilizar el pH a 9.6
    b. Estabilizar el pH a 7.
    c. Eliminar restos de ácido que se utilizan para acondicionar la columna.
    d. Disolver la benzodiacepina convenientemente en el plasma

24. ¿Cómo se nombra el $Na_2CO_3$ según la nomenclatura de adición que recomienda la IUPAC en su nomenclatura de 2005?
    a. Carbonato de sodio anhidro.
    b. Trióxidocarbonato de disodio
    c. Carbonato de sodio
    d. Bicarbonato de sodio

25. Una vez extraída la benzodiacepina y para proceder a su inyección se debe:
    a. Adicionar el patrón interno de concentración conocida
    b. Adicionar BuOH para estabilizar la muestra
    c. Adicionar PBS hasta 1 μl.
    d. Concentrar la muestra hasta 20 μl que es la capacidad del puerto de inyección.

26. La técnica de patrón interno es utilizada en la práctica para la cuantificación de benzodiacepinas. Indica la afirmación correcta.
    a. El estándar interno seleccionado debe ser de peso molecular similar al analito y tener un tiempo de retención parecido.
    b. El estándar interno seleccionado debe ser de estructura química similar al analito y tener un tiempo de retención de al menos 2 minutos diferente.
    c. El estándar interno seleccionado debe ser de estructura química similar al analito y tener un tiempo de retención parecido.
    d. El estándar interno seleccionado debe ser una derivación del analito y tener un tiempo de retención muy distinto.

27. Para llevar a cabo la cuantificación de la benzodiacepina utilizando patrón interno, previamente es necesario llevar a cabo una recta de calibrado para ello:
    a. Se prepara una disolución madre de concentración conocida y a partir de ella las correspondientes diluciones, añadiendo en toda dilución la misma concentración de patrón interno.
    b. Se preparan cinco disoluciones de concentración conocida de la benzodiacepina a cuantificar.
    c. Se preparan cinco disoluciones de concentración conocida de patrón interno añadiendo en todas ellas la misma concentración de benzodiacepina a cuantificar.
    d. Se preparan una disolución madre y a partir de ella las correspondientes diluciones, añadiendo en toda dilución diferentes concentraciones de patrón interno.

28. Una vez terminada la práctica el técnico tiene que apagar el equipo, para ello:
    a. Tiene que llevar a cabo el acondicionamiento de la columna mediante su calentamiento a 50°C.
    b. Debe de disminuir la carga sobre la columna, bajando poco a poco la presión establecida en el equipo de trabajo.
    c. Debe de correr una muestra de concentración conocida de benzodiacepina.
    d. Todas son correctas

29. Las muestras biológicas utilizadas en las prácticas deben de:
    a. Devolverse al almacén para posteriores determinaciones.
    b. Acondicionarse mediante su extracción líquido-líquido para posteriores determinaciones.
    c. Devolver a la institución por la que se obtuvieron para ser tratadas adecuadamente.
    d. Gestionarlo como un residuo biológico en la propia Facultad.

30. El cloroformo presenta en su envase el siguiente símbolo de seguridad. Indica la respuesta correcta en cuanto a su significado:
    a. Corrosivo.
    b. Tóxico para el medioambiente
    c. Inflamable
    d. Nocivo

**PREGUNTAS RESERVA PRIMER SUPUESTO**

31. ¿Qué es la disolución de salmuera?
    a. Una disolución saturada de bicarbonato sódico y potásico
    b. Una disolución 1M de bicarbonato sódico y potásico
    c. Una disolución saturada de cloruro sódico
    d. Una disolución 1M de cloruro sódico

32. ¿Por qué se lava con salmuera?
    a. Para eliminar restos de sosa
    b. Para mejorar el rendimiento de la extracción
    c. Para eliminar restos de diclorometano
    d. Para eliminar impurezas neutras

33. ¿Por qué el material tiene que estar rigurosamente seco una vez filtrado el sulfato magnésico?
    a. Porque si está húmedo, no se evaporaría el diclorometano
    b. Porque la humedad descompone el producto
    c. Porque no se obtendría el producto seco en el rotavapor
    d. No se puede introducir agua en el rotavapor

**PREGUNTAS RESERVA SEGUNDO SUPUESTO**

34. Indica la afirmación correcta con respecto a un cromatograma.
    a. Un pico cromatográfico es la porción del cromatograma que registra la respuesta del detector cuando un componente individual eluye de la columna.
    b. El frente es una asimetría del pico con respecto a la línea base, de tal forma que la línea de subida tiene más pendiente que la de bajada.
    c. La cola es una asimetría del pico con respecto a la línea base, de tal forma que la línea de subida tiene menos pendiente que la de bajada.
    d. Todas son falsas

35. El cartucho que se utiliza en la técnica SPE para llevar a cabo la extracción requieren de un acondicionamiento previo. Para ello habitualmente
    a. Se pasan 2 mL de EtOH y 2 mL de $H_2O$.
    b. Se pasan 2 mL de EtOH
    c. Se pasan 2 mL de $H_2O$.
    d. Se pasan 2 mL de EtOH y 2 mL de PBS.