

TITULACION POTENCIOMÉTRICA DE UNA MUESTRA PROBLEMA. PERMANGANIMETRÍA

Silvia Citlalli Gama, Norma Ruth López, Carolina Flores, María de la Paz Orta, Alberto Colín y María del Rosario Covarrubias
Revisores

1. INTRODUCCIÓN

El análisis volumétrico cuantitativo se basa en la medida del volumen de una disolución estandarizada (*valorante*) con un *patrón primario*, de concentración exactamente conocida, el cual reacciona con una determinada cantidad de muestra, mediante una valoración. En una valoración directa se añaden a la disolución de analito pequeños incrementos de la disolución del reactivo valorante, hasta que la reacción se completa. El *punto de equivalencia* es un punto teórico, que no puede determinarse experimentalmente y que se alcanza cuando se ha añadido la cantidad de valorante que, de acuerdo con la estequiometría de la reacción, corresponde a la cantidad de analito de la muestra valorada. Mientras que el punto final es donde se detiene la valoración, ya que se observa el cambio físico esperado en el sistema con el indicador (generalmente un cambio de color). Una titulación redox está basada en una reacción de oxidación-reducción entre el analito y el valorante.

2. REFLEXIONES PREVIAS (INVESTIGACIÓN PREVIA)

Revisa los siguientes conceptos acerca de:

1. Titulaciones:
 - a. Concepto de titulación o valoración
 - b. Titulación redox
 - c. ¿Qué es un indicador visual? ¿Cómo funciona?
 - d. Mencione ejemplos de indicadores redox (autoindicadores e indicadores que se agregan)
 - e. Indique cómo se realiza la estandarización o normalización de disoluciones
 - f. Características de un patrón primario
2. Buenas prácticas de ejecución en el laboratorio para titulaciones volumétricas (uso de la bureta y la pipeta volumétrica, preparación del patrón primario, uso del indicador, etc...)
3. Estandarización de KMnO_4
 - a. Patrón primario (masa molar, pureza, preparación, etc...)
 - b. Reacción que se efectúa

- c. Cálculos de la cantidad de patrón primario a pesar para gastar ≈ 20 mL de KMnO_4 0.02 M
 - d. Indicador utilizado (color inicial y color al punto final de la titulación)
 - e. ¿Por qué es necesario calentar ligeramente? ¿Por qué el medio debe ser ácido?
4. Muestra problema (peróxido de hidrógeno en agua oxigenada, fierro en tabletas u otra propuesta)
- a. Registrar los datos completos de la muestra. Ejemplo

Nombre y Marca	HEMOBION (MERCK)
Presentación	Frasco con 50 grageas
Lote	152302
Información de etiqueta	FORMA FARMACÉUTICA Y FORMULACIÓN. Cada GRAGEA con capa entérica contiene: Sulfato ferroso heptahidratado 200 mg Equivalente a 60 mg de hierro elemental Excipiente, c.b.p. 1 gragea

- b. Reacción que se efectúa
 - c. Cálculos del volumen de valorante a gastar
5. Estadística
- a. Definir: precisión, exactitud, desviación estándar relativa, sesgo y límites de confianza, así como la forma de cálculo.
 - b. ¿Qué información proporcionan cada una de ellas?
6. Realizar el diagrama simplificado de los experimentos (1 por cada parte experimental) incluir las reacciones que llevaran a cabo.

3. OBJETIVOS DE APRENDIZAJE

GENERALES

1. Formar a las alumnas y los alumnos en el análisis y la resolución de problemas analíticos.

PARTICULARES

1. Que los alumnos se inicien en los cálculos y la forma de pensar necesaria para abordar un análisis químico cuantitativo.
2. Entender la importancia del correcto uso de los instrumentos, materiales y reactivos.

4. PARTE EXPERIMENTAL

Equipos, materiales, reactivos y disoluciones

***Preparadas por el laboratorista**

Revisar el documento anexo correspondiente

Actividades experimentales

Actividad 1. Preparación de la disolución de KMnO_4 0.02 mol/L

1. Pesar aproximadamente 3.25 g de KMnO_4 , transferir a un vaso de precipitados de 1 L, añadir 750 mL de agua desionizada para disolver y cubrir el vaso con un vidrio de reloj. Calentar a ebullición suave durante 30 minutos.
2. Dejar reposar por 24 horas, filtrar la disolución a través de un embudo de vidrio sinterizado (con un matraz de Kitasato y la ayuda de vacío), transferir a un matraz volumétrico de 1 L y completar el aforo, almacenar en un frasco ámbar.

Actividad 2. Normalización de la disolución de KMnO_4 0.02 mol/L

1. Colocar en un vaso de precipitados de 50 mL, limpio y seco, un volumen de disolución de permanganato. Llenar la bureta con la disolución.
2. Pesar aproximadamente, pero con exactitud, 67 mg de oxalato de sodio, transferirlos a un matraz Erlenmeyer de 125 mL, adicionar 10 mL de H_2SO_4 4 mol/ y agua hasta aproximadamente 50 mL.
3. Calentar la disolución a una temperatura entre 60 y 70°C (esto se hace evidente cuando aparecen ligeros vapores).
4. Titular con la disolución de KMnO_4 hasta que prevalezca una ligera tonalidad rosa.
5. Repetir la titulación otras dos veces para tener tres datos.
6. Registrar los resultados en la bitácora.

Actividad 3. Titulación potenciométrica de la muestra problema.

Determinación permanganométrica de peróxido de hidrógeno en agua oxigenada.

1. Con una pipeta volumétrica tomar 10 mL de la muestra de agua oxigenada y colocarlos en un matraz volumétrico de 100 mL y completar el aforo con agua destilada.
2. De la disolución anterior tomar una alícuota de 10 mL usando una pipeta volumétrica y colocarlos en un vaso de precipitados de 50 mL.
3. Cuidadosamente adicionar 10 mL de H_2SO_4 4 mol/L.
4. Introducir los electrodos y conectarlos al multímetro.

NOTA: Cuidar que el electrodo de referencia quede conectado al cable negro del multímetro

5. Adicionar el permanganato y registrar la diferencia de potencial observada.
6. Repetir la titulación por triplicado.

Determinación permanganométrica del hierro (II) presente en tabletas de sulfato ferroso sin capa entérica.

1. Pesar 3 tabletas de manera independiente, registrar su peso y calcular el peso promedio de una tableta.
2. Triturar las tabletas en un mortero.
3. Pesar la cantidad equivalente a 50 mg de hierro en un vaso de precipitados de 50 mL, agregar aproximadamente 30 mL de agua destilada y 10 mL de H_2SO_4 4 mol/L, dejar agitando por 15 minutos.
4. Filtrar y recibir la fase acuosa en un matraz volumétrico de 50 mL, enjuagar el vaso con agua destilada y pasarla por el mismo papel filtro, lavar el papel filtro con más agua destilada, recibiendo todas las aguas de lavado en el mismo matraz volumétrico. Llevar a la marca de aforo con agua destilada.
5. Tomar 10 mL de esta disolución y verterlos en un vaso de precipitados de 100 mL. Agregar 10 mL de H_2SO_4 4 mol/L.

NOTA: Para el tratamiento de la muestra líquida solo es necesario tomar un volumen adecuado y diluirlo.

6. Introducir los electrodos (platino y ECS) y conectarlos al multímetro.

NOTA: Cuidar que el electrodo de referencia quede conectado al cable negro del multímetro.

7. Adicionar el permanganato y registrar la diferencia de potencial observada después de cada adición.
8. Repetir la titulación por triplicado.

5. APOYO PARA EL MANEJO RESULTADOS Y LA DISCUSIÓN

Actividad 2. Normalización de la disolución KMnO_4 .

1. Calcular la concentración promedio del KMnO_4 .
2. Calcular la desviación estándar del resultado.
3. Calcular la desviación estándar relativa, DER, del resultado.
4. Calcular el Intervalo de Confianza del resultado.

Actividad 3. Titulación potenciométrica de la muestra problema.

Determinación permanganométrica de peróxido de hidrógeno en agua oxigenada.

1. Obtener la gráfica de E vs vol. agregado.
2. Obtener los gráficos de primera y segunda derivada.
3. Determinar el volumen de punto final de la titulación.
4. Calcular el contenido de peróxido de hidrógeno en la muestra, expresarlo en las mismas unidades que el contenido nominal.
5. Calcular la desviación estándar del resultado.
6. Calcular la desviación estándar relativa, DER, del resultado.
7. Calcular el intervalo de confianza del resultado.

Determinación permanganométrica del hierro (II) presente en tabletas de sulfato ferroso sin capa entérica.

1. Obtener la gráfica de E vs vol. agregado.
2. Obtener los gráficos de primera y segunda derivada.
3. Determinar el volumen de punto final de la titulación.
4. Calcular el contenido de peróxido de hidrógeno en la muestra, expresarlo en las mismas unidades que el contenido nominal.
5. Calcular la desviación estándar del resultado.
6. Calcular la desviación estándar relativa, DER, del resultado.
7. Calcular el intervalo de confianza del resultado.

6. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Harris, Daniel C., *Análisis Químico Cuantitativo*. Editorial Reverte, 3ª edición, España, 2003.
- [2] Scorer, Ted; Perkin, Michael; Buckley, Mike; *Measurement Good Practice Guide No. 70; Weighing in the Pharmaceutical Industry*. National Physical Laboratory, Reino Unido, 2004.
- [3] *El ABC de la pesada*. Mettler-Toledo, Suiza, 2003.
- [4] Guiteras, J; Rubio, R. y Fonrodona, G.; *Curso Experimental de Química analítica*. Editorial Síntesis, 1ª edición, España, (s/año).
- [5] Miller, J. N. y Miller, J. C.; *Estadística y Quimiometría en Química Analítica*. Editorial Prentice Hall, 4ª edición, Madrid, 2002.

- [6] Baeza, J. A.; *Expresión gráfica de las reacciones químicas. Reacciones en disolución y en las interfaces en condiciones de amortiguamiento simple*, 1ª edición, México, 2010.
depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/LIBRO_TEXTO_DIAGRAMAS_ALEX_BAEZA_2010_17628.pdf
- [7] Baeza, J. A. y de Santiago, a.; *Documento de apoyo: Reacciones redox: Manejo de datos, cálculo de $K_{reacción}$* , 1ª edición, México, 2007.
depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Documento_Apoyo_Escala_pe_Kreac_2010_11_11139.pdf
- [8] De Santiago, A.; *Formulario para análisis de resultados de valoraciones ácido-base*, 1ª edición, México, 2008.
depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Documento_de_Apoyo_Derivadas_datos_pH_3612.pdf