
PRÁCTICA No. 7. ESTUDIO DEL REPARTO DEL YODO ENTRE DISOLVENTES NO MISCIBLES

Elaborado por: Alain Quéré Thorent y Ma. del Carmen Sansón Ortega

Revisado por: Julio César Aguilar Cordero y Rosario Covarrubias Herrera

INTRODUCCIÓN

Como químico, muchas veces te enfrentas a mezclas complejas de varios componentes. Cuando llevas a cabo una síntesis, casi siempre, necesitas separar el producto principal de los subproductos de la reacción. En otras ocasiones, requieres separar un principio activo de un producto natural proveniente de un tejido vegetal o animal, por lo tanto, los procesos de separación y purificación son tareas muy importantes para un químico orgánico.

En los análisis químicos es necesario, una vez realizada la toma de muestra y su disolución en el disolvente apropiado, aislar el componente de la muestra que se requiere determinar, de aquellos otros componentes que pueden interferir en su determinación, para lo que debe utilizarse un método de separación adecuado para cada caso.

La extracción por disolventes, que es el método empleado en la experiencia práctica que nos ocupa, es un proceso por el cual un soluto se distribuye entre dos fases diferentes. La extracción líquido-líquido consiste en la transferencia de un soluto de una fase líquida a otra, el proceso por tanto, requiere que las dos fases sean inmiscibles entre sí y generalmente son el agua y un disolvente orgánico que recibe el nombre de extractante. Se denomina extracto a la fase ya separada, generalmente la orgánica que contiene al compuesto extraído.

Cuando una sustancia se pone en contacto con dos líquidos no miscibles, ésta tiende a distribuirse entre ambas fases en una determinada proporción que depende de su afinidad química por cada una de ellas.

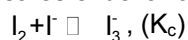
En el laboratorio, se realizan las extracciones líquido-líquido empleando embudos de separación por medio de los cuales se pueden mezclar y separar líquidos no miscibles. Cuando un compuesto se agita dentro de un embudo de separación con los dos disolventes no miscibles, éste se distribuye entre los dos disolventes.

TAREAS POR CUBRIR

- Estudiar el efecto del yoduro de potasio en fase acuosa sobre la distribución del yodo entre el agua y el hexano. Explicar los fenómenos observados con base en la existencia de la formación de un complejo entre la molécula de yodo y el ion yoduro en la fase acuosa.
- Normalizar una disolución de tiosulfato de sodio
- Determinar el cociente de reparto del yodo entre el agua y el hexano mediante titulaciones yodimétricas.
- Determinar la solubilidad del yodo en hexano a la temperatura ambiente.
- Calcular la constante de reparto del yodo entre el agua y el hexano y la constante de formación del ion triyoduro, I_3^- , en la fase acuosa.

REFLEXIONES INICIALES

1. Definir los términos “Equilibrio de reparto” y “Constante de reparto”, “Equilibrio de distribución” y cociente de reparto o de distribución”.
2. Escribir el equilibrio de reparto del yodo (elemental) entre el agua y el hexano. Expresar su constante ($K_{D[12]}$). Escribir el equilibrio de distribución de las especies del yodo entre el agua y el hexano cuando el único equilibrio adicional que se establece en la fase acuosa es el de la formación del ion triyoduro:



Expresar el cociente de reparto del yodo entre las dos fases ($D_{[12]}$)

3. ¿Cuál es el efecto de la presencia del ion yoduro en la fase acuosa, sobre la distribución de las especies del yodo entre las dos fases al equilibrio?

4. Escribir las reacciones involucradas en la normalización de disoluciones de tiosulfato de sodio utilizadas en esta práctica.
5. ¿Qué volumen de disolución de tiosulfato de sodio 0.005M se requiere para titular el yodo formado en la alícuota de 1.0 mL de la disolución de yodato que se prepara en el inciso A2 y que se hace reaccionar con un exceso de yoduro en medio ácido como se describe en los incisos A4 y A5?

ACTIVIDADES PRELABORATORIO

Antes de dar inicio al experimento realizar las siguientes actividades:

1. Plantear un diagrama secuencial de bloques con los pasos a seguir en forma condensada, con objeto de tener una guía del trabajo experimental.
2. Leer cuidadosamente toda la práctica y anotar las ecuaciones correspondientes a los cambios que ocurren durante toda la experimentación.
3. Investiga la toxicidad de los compuestos que se utilizan en esta práctica, y en función de ello discute con el profesor sobre la forma de desecharlos una vez terminado el experimento.

PROBLEMA

¿Cuál es el valor del cociente de reparto del yodo entre el hexano y disoluciones acuosas de yoduro de potasio?

ACTIVIDAD EXPERIMENTAL

MATERIALES Y REACTIVOS (por equipo de cuatro personas)

MATERIALES	REACTIVOS
Balanza analítica	Engrudo de almidón
4 propipetas	Yodato de potasio (KIO ₃) R.A.
4 espátulas	Tiosulfato de sodio (Na ₂ S ₂ O ₃) 0.005M
2 pisetas con agua destilada	Hexano (C ₆ H ₁₄) R.A.
2 probetas de 50 mL	Disolución saturada de yodo en hexano
6 embudos de separación de 125 mL	Disolución de yoduro de potasio (KI) 0.1M
8 matraces Erlenmeyer de 125 mL	Ácido sulfúrico (H ₂ SO ₄) diluido 1:10
4 vasos de precipitados de 50 mL	Ácido sulfúrico 0.1 M
1 pipeta volumétrica de 1 mL	
1 pipetas graduadas de 5 mL	
1 matraz volumétrico de 100 mL	
1 matraz volumétrico de 25 mL	
1 pipeta volumétrica de 10 mL	
1 bureta de 25 mL	
1 bureta de 10 mL	
1 bureta 50 mL	
6 anillos de hierro y soporte universal	

¡ATENCIÓN!

Las disoluciones diluidas de **ácido sulfúrico** son **corrosivas** por lo que deben manipularse con precaución. Debe evitarse el contacto con la piel y sobre todo el contacto con las mucosas o los ojos.

El **yodato de potasio** es un agente **oxidante irritante** al tener contacto con la piel.

El **tiosulfato de sodio** se considera como sustancia **irritante**.

PROCEDIMIENTO

A. Normalización de la disolución de tiosulfato de sodio 0.005M. (Cada estudiante lo realiza)

A1. Llenar la bureta de 25 mL con la disolución de tiosulfato de sodio 0.005M por normalizar.

A2. Pesar con precisión aproximadamente 0.080 g de yodato de potasio R.A. (que se considera como patrón primario) previamente secado a 105-110°C.

A3. Disolver el yodato de potasio en aproximadamente 15 mL de agua destilada. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 25 mL. Completar con agua hasta la marca del aforo y homogeneizar.

A4. Transferir 1.0 mL de la disolución anterior a un matraz Erlenmeyer de 125 mL. Añadir 50 mL de agua destilada y 0.10 g de KI sólido. Agitar manualmente el matraz para disolver completamente la sal.

A5. Añadir con precaución 1 mL de H₂SO₄ 1:10. **Observar la reacción que se efectúa al añadir el ácido**, en la que se libera yodo.

A6. Titular en seguida esta disolución con la de tiosulfato de sodio. Disminuir la velocidad de adición del reactivo titulante a medida que la intensidad del color del yodo disminuye. Cuando se observa que la disolución es de color amarillo paja pálido, enjuagar la pared del matraz y añadir 0.5 mL de disolución de engrudo de almidón. Observar que la disolución adquiere una coloración azul intenso.

(Nota: si no se está lo suficientemente cerca del punto de equivalencia, puede aparecer un precipitado de partículas azul-negruzco después de añadir el engrudo de almidón. Si no aparece el color azul, esto significa que se rebasó el punto de equivalencia. En tal caso debe repetirse la normalización).

A7. Calcular la concentración de la disolución de tiosulfato de sodio. Los valores obtenidos por los integrantes de cada equipo de trabajo no debe diferir en más de 0.3%.



B. Estudio de la distribución del yodo entre el hexano y disoluciones acuosas de yoduro de potasio de concentración variable.

Principio: Disoluciones de yodo disuelto en hexano se ponen en equilibrio con disoluciones acuosas que contienen concentraciones variables de yoduro de potasio. Después de alcanzado el equilibrio de distribución del yodo entre las dos fases, la concentración de esta especie se determina por titulación yodimétrica con una disolución de tiosulfato de sodio valorado.

¡ATENCIÓN!

El hexano, C₆H₁₄, es un líquido incoloro, **menos denso que el agua** e insoluble en ella, sus vapores son más densos que el aire. Para manejar este producto deben utilizarse **bata, lentes de seguridad y guantes**, evitando todo contacto con la piel, en un lugar bien ventilado y no deben utilizarse **lentes de contacto**.

En forma de vapor, irrita a la nariz y garganta; como líquido irrita a la piel y los ojos.

B1. Preparar una disolución diluida de yodo en hexano de la manera siguiente: En un matraz volumétrico de 100 mL se transfieren 10.0 mL de la disolución saturada de yodo en hexano y se lleva a la marca de aforo con hexano puro. Esta disolución tiene una concentración de I₂ aproximada de 0.0035M. Se conserva en el matraz volumétrico bien tapado.

B2. Haciendo uso de buretas (10 mL y 50 mL), se preparan los 6 embudos de separación con las disoluciones que se indican en las columnas de la siguiente tabla:

No. de embudo	Volumen de KI 0.1M en mL (Bureta 10 mL)	Volumen de H ₂ SO ₄ 0.1 M	Volumen de I ₂ 0.005M en C ₆ H ₁₄ (Bureta 50 mL Seca)	Gasto de S ₂ O ₃ ²⁻ 0.005M en mL	Conc. de I ⁻ en la fase acuosa
1	0.0	50	10.0		
2	0.5	50	10.0		
3	1.0	50	10.0		
4	2.0	50	10.0		
5	3.0	50	10.0		
6	4.0	50	10.0		
7	5.0	50	10.0		

B3. Los embudos se tapan inmediatamente después de preparadas las disoluciones y se agitan manualmente en forma enérgica durante 30 segundos, se colocan en posición invertida (tapón hacia abajo) y se abre cuidadosamente la llave para relajar la sobrepresión que se genera en los mismos. Se cierra la llave y se vuelve a agitar 30 a 40 segundos antes de liberar de nuevo la presión. Este proceso se repite hasta totalizar 2 a 3 minutos de agitación.

B4. A continuación, se deja que las fases se separen por decantación. Se verifica que las dos fases sólo se presenten como dos capas en contacto. Se anota el color que se observa para cada fase en cada embudo.

B5. La fase acuosa se traslada a un matraz Erlenmeyer de 125 mL. El embudo de separación se enjuaga con agua destilada y los lavados se incorporan al mismo matraz Erlenmeyer. Con cuidado, se transfiere la fase orgánica a un frasco para residuos.

B6. La fase acuosa se titula con la disolución de tiosulfato de sodio valorada siguiendo el mismo procedimiento que en el inciso A6. Se anota el volumen gastado hasta alcanzar el punto final en la columna 5 de la tabla B2.

B7. Se calcula la concentración de yodo en cada fase titulada.

C. Determinación de la solubilidad del yodo en hexano. (Cada estudiante lo realiza)

C1. Transferir 10.0 mL de la disolución diluida de yodo en hexano, preparada en B1, a un matraz Erlenmeyer de 125 mL. Añadir en seguida 30 mL de agua y 0.5 g de KI.

C2. Titular inmediatamente con la disolución de tiosulfato de sodio valorada con agitación intensa hasta la desaparición del color violeta de la fase orgánica.

C3. Calcular la concentración de yodo presente en la fase orgánica, de ahí calcular la concentración de yodo en la disolución de hexano saturada con yodo.

Reunir las fases de hexano en un mismo recipiente y seguir las instrucciones del profesor para su correcta disposición.

REGISTRO DE DATOS Y CÁLCULOS

A. Concentración de la disolución de tiosulfato de sodio

Ecuación Química de la reacción de generación de yodo:

Ecuación química de la reacción de titulación:

Completa la siguiente tabla:

Parámetro experimental	Alumno No.			
	1	2	3	4
Concentración IO_3^- (mol/L)				
Vol. IO_3^- (mL)				
Mol de IO_3^-				
Mol de I_2				
Vol. de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ en p.final (mL)				
Mol de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$				
Concentración de $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ (mol/L)				

Concentración promedio de tiosulfato de sodio, mol/L _____

B. Estudio de la distribución del yodo entre el hexano y disoluciones acuosas de yoduro de potasio de concentración variable.

De acuerdo a los experimentos realizados en el apartado B, completa las siguientes tablas:

No. de embudo	Vol de $S_2O_3^{2-}$ (mL)	Mol de $S_2O_3^{2-}$	Mol de I_2 en fase ac. (Después del reparto)	Mol inicial de I_2 en fase org. *	Mol de I_2 en fase org. (Después del reparto)	Conc. I_2 fase acuosa (Después del reparto)	Conc. I_2 fase orgánica (Después del reparto)

* Se obtiene del dato de la titulación de 10 mL de yodo en hexano (apartado C del procedimiento experimental)

No. de embudo	Conc. de KI en la fase acuosa (Antes del reparto)	Conc. I_2 fase acuosa (Después del reparto)	Conc. I_2 fase orgánica (Después del reparto)	Cálculo de D	Cálculo de 1/D

C. Determinación de la solubilidad del yodo en hexano

Completa la siguiente tabla:

Alumno No.	1	2	3	4
Concentración de $S_2O_3^{2-}$ (mol/L)				
Vol. $S_2O_3^{2-}$ (mL)				
Mol de $S_2O_3^{2-}$				
Mol de I_2				
Vol alícuota I_2				
Concentración de I_2 (mol/L) dil 1:10				
Conc. de la Soln saturada de I_2 (mol/L)				

Solubilidad promedio de la disolución saturada de yodo en hexano _____ mol/L.

PREGUNTAS Y CONCLUSIONES

1. Informar las observaciones visuales llevadas a cabo durante el desarrollo de los experimentos.
2. Con base en los resultados experimentales de la sección B, calcular el cociente de reparto del yodo $D_{[I_2]}$ entre el hexano y las disoluciones acuosas de yoduro de potasio.
3. Utilizando la expresión del cociente de reparto del yodo entre el hexano y las disoluciones acuosas de yoduro de potasio, establecer la siguiente expresión:

$$\frac{1}{D_{[I_2]}} = \frac{1}{K_{D[I_2]}} + \frac{K_c [I^-]}{K_{D[I_2]}}$$

Donde:

$D_{[I_2]}$ = cociente de reparto del yodo

$K_{D[I_2]}$ = constante de reparto del yodo

K_c = constante de formación del complejo triyoduro

4. Representar la gráfica de los datos experimentales $(1/ D_{[I_2]}) = f([I^-]_{ac})$. Los puntos de esta curva deben estar situados aproximadamente sobre una recta. Calcular la pendiente y la ordenada al origen de la recta de regresión de los puntos anteriores. Calcular la constante de reparto del yodo entre el hexano y el agua así como la constante de formación del complejo I_3^- .
5. Reflexionar sobre la utilidad del equilibrio de reparto entre disolventes para evaluar el valor de la constante de formación del complejo yodo/yoduro.
6. Cuando se realiza la normalización del tiosulfato de sodio, se mezcla una disolución acuosa de KIO_3 con un exceso de disolución de KI, en estas condiciones, no se observa ninguna reacción al realizar esta operación, cuando se añade una disolución de H_2SO_4 a la mezcla anterior, se observa la formación del yodo. Considerando los potenciales estándares a pH = 0 de los sistemas $IO_3^-/I_2/I^-$ respectivamente iguales a 1.20 V y 0.62 V, explicar porqué no se observa ninguna reacción en la mezcla de yodato de potasio y yoduro de sodio en ausencia de ácido sulfúrico.
7. Con base en las observaciones visuales efectuadas durante la realización de esta práctica y la ley de Le Chatelier, ¿cuáles son los hechos que permiten suponer la existencia de por lo menos un complejo entre las especies yodo y yoduro en la fase acuosa?
8. Indica un método alternativo para normalizar las disoluciones de tiosulfato de sodio.
9. El yodo es un sólido que sublima fácilmente. Las disoluciones de yodo en agua o en disolventes orgánicos pierden fácilmente el yodo disuelto. ¿Cómo la pérdida de yodo por volatilización afecta los resultados de las constantes calculadas en la práctica?
10. Discutir los conocimientos y habilidades adquiridos y concluir si se lograron los objetivos planteados.

MANEJO Y DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

Los residuos deben colectarse en frascos debidamente etiquetados, para su posterior tratamiento.

TRATAMIENTO DEL YODATO DE POTASIO:

El yodato de potasio se reduce con bisulfito de sodio al 50%.

GUÍA No. 1

La solubilidad de los solutos puede variar ampliamente de un disolvente a otro y depende de diversos factores como la naturaleza fisicoquímica del disolvente y la del soluto, la fuerza iónica, la temperatura y la presión. Con base en esta propiedad, es posible diseñar procedimientos de separación de solutos, si se permite que se establezcan los equilibrios de distribución de los mismos, entre dos fases constituidas por disolventes considerados como no miscibles, y separando mecánicamente las dos fases después de establecidos los equilibrios. La técnica correspondiente se denomina **extracción líquido-líquido**.

Cuando un soluto M se reparte entre una fase acuosa y otra constituida por una fase líquida no miscible, el cociente de las concentraciones de M en ambas fases es una constante que depende de la temperatura y es independiente de la relación de volúmenes de las dos fases en contacto:



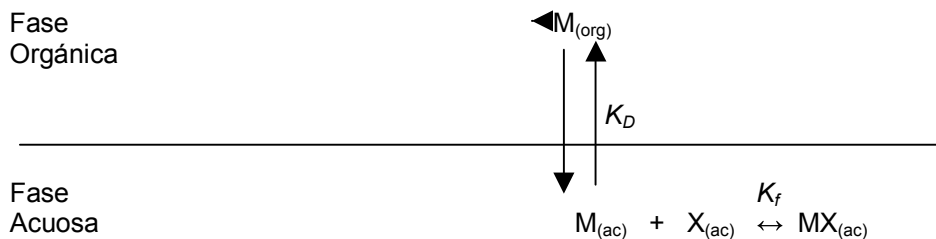
K_D se denomina *cociente de reparto*. Se refiere a la misma especie química M presente en ambas fases al equilibrio.

A menudo, el soluto por extraer está involucrado en reacciones y equilibrios químicos adicionales al de reparto, bien sea en la fase acuosa, en la fase orgánica o en ambas. Las especies que involucran al soluto en dichos equilibrios pueden tener afinidades muy diferentes con las fases acuosa y orgánica. En estos casos la distribución del analito depende de la composición química del sistema.

De acuerdo con la IUPAC, se define el **cociente de distribución**, D_M , como igual a la relación entre la concentración analítica *total*, $(C_M)_{org}$, del soluto M en la fase orgánica (independientemente de la forma química en la que esté presente) y su concentración analítica total, $(C_M)_{ac}$, en la fase acuosa:

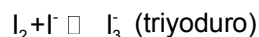
$$D_M = \frac{(C_M)_{org}}{(C_M)_{ac}}$$

La IUPAC subraya que el cociente de distribución es un parámetro experimental que no implica necesariamente un estado de equilibrio de distribución del soluto entre las fases.



GUÍA No. 2

El yodo (I_2) es una sustancia poco soluble en agua. ($\approx 10^{-3}$ M). Con el fin de aumentar su solubilidad en el agua, se adiciona yoduro de potasio en exceso, que reacciona con el yodo molecular para dar un aducto, el anión triyoduro (estas disoluciones se conocen como de yodo-yodurado):



BIBLIOGRAFÍA

- Albery, Robert A. *Prudent Practices for Disposal of Chemicals from Laboratories*, National Academic Press 6^a Ed. USA 1988. Pág. 81,86
- Blaedel, W.J. & Meloche V.W. *Elementary Quantitative Analysis*. Harper & Row 1970. 2^a Edición p 464.
- Marambio, D.E., Salinas V. M.R. *Manual de seguridad para los laboratorios de la Facultad de Química*. Facultad de Química, UNAM. México, 1998. p. 77-80
- Moore, J. W. *El Mundo de la Química, conceptos y aplicaciones*. Pearson Educación. México, 2000, 2^a Ed p 761
- Quéré T., A. *Manual de prácticas para la asignatura: Analítica I clave 1516*. Facultad de Química, UNAM, Depto. de Química Analítica. México, 1997 p39-42
- Quéré T., A. *Apuntes para el curso Química Analítica III. Extracción Líquido-líquido*. 1998.