

QUIMICA ANALITICA II

Sem 2009-I

Experiencia de cátedra: Titulometría redox a Microescala Tota a pH controlado.

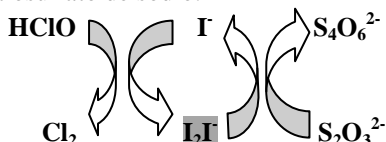
Dr. Alejandro Baeza⁽¹⁾, QFB Adrián de Santiago⁽¹⁾, Lic. Pamela Urra⁽²⁾, C.D. Ángel Cárdenas⁽³⁾

(1) F.Q. UNAM, (2) UMCE, Santiago de Chile, (3) F. Odontología, UNAM.

Planteamiento del sistema en estudio

Tradicionalmente se han usado soluciones de hipoclorito de sodio comercial en la desinfección durante tratamientos en endodoncia. Sin embargo la concentración de hipoclorito y el pH óptimos para lograr la desinfección óptima con mínimos daños colaterales todavía se encuentran bajo investigación.

En este ejercicio experimental se demuestra que es posible determinar la cantidad de hipoclorito en un producto comercial y reportarlo como por ciento de “cloro libre” por medio de una titulación yodométrica⁽¹⁾ en condiciones de microescala total con materiales locales de bajo costo⁽²⁾. La solución de análisis se trata con un exceso de yoduro de potasio sólido en medio ácido. El yodo liberado y en forma de ion triyoduro se titula con una solución valorada de tiosulfato de sodio:



El éxito de la titulación radica en la adecuada selección del pH del medio de análisis tanto por las propiedades redox del yodo y del tiosulfato como del ácido hipocloroso⁽³⁾. En este ejercicio experimental también se muestra la utilidad de la micropotenciometría a microescala total⁽⁴⁾ para el estudio de la reacción entre el yodo y el tiosulfato en medio ácido y en medio libre.

(1) Arthur I. Vogel. “Química Analítica Cuantitativa. Teoría y Práctica.” Vol. I. Ed. Kapelusz, 1960.

(2) A. Baeza, “Microbureta a Microescala Total para Titulometría” *Rev. Chil. Educ. Cient.* **1[2]**(2003)4-7

(3) J.R. Casanova, J.A. Baeza, “Estudio Integral del cloro en desinfectantes hospitalarios” *Rev. Cub. Quím.* **XVII**(1)(2005)43
Tesis de Licenciatura. Facultad de Química. UNAM. 2006

(4) A. Baeza, “Titulaciones ácido-base potenciométricas a Microescala Total con microelectrodos de pH y microreferencia de bajo costo” *Rev. Chil. Educ. Cient.* **1[2]**(2003)16-19.

Operaciones a realizar:

I/ Titulación con indicador.

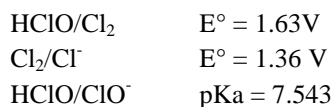
- 1.0 Mezclar en un matraz erlen-meyer de 5 mL, 50 μL de muestra de desinfectante al 2% nominal, H_2O a discreción, 100 μL de ácido clorhídrico 3 mol/L y cristales de KI sólido. Mezclar. Observar.
- 2.0 Tapar el matraz de análisis y protegerlo de la luz durante 5 minutos.
- 3.0 Llenar la microbureta de 1 mL con disolución de tiosulfato de sodio 0.1 mol/L.
- 4.0 Titular al vire del almidón como indicador visual del punto de equivalencia experimental.

II/ Influencia del pH.

- 1.0 Repetir la titulación sustituyendo el indicador por un microelectrodo de carbón y un microelectrodo de referencia de $\text{Cu}^\circ|\text{Cu}^{\text{II}}|\text{H}_2\text{O}$. Medir el ΔE a intervalos de 100 μL de tiosulfato adicionado.
- 2.0 Repetir sin adicionar ácido clorhídrico.

Preguntas:

- 1.0 Buscar los valores de E° y calcular el pKd redox de los pares involucrados.
- 2.0 Predecir las reacciones en una escala de pe .
- 3.0 Balancear las reacciones redox y calcular su K_{eq} .
- 4.0 Con el volumen de vire al punto de equivalencia experimental calcular la concentración molar del analito en la muestra analizada.
- 5.0 Calcular el porcentaje de cloro activo en la muestra comercial estudiada.
- 6.0 Consultar en la literatura el patrón primario adecuado para estandarizar al titulante secundario utilizado. Escribir las reacciones químicas balanceadas correspondientes.
- 7.0 Con la siguiente información:



Trazar el diagrama $pe = f(pH)$ para los sistemas del cloro en condiciones estándar junto con el diagrama para el sistema del yodo y justificar la reacción de producción de reactivo piloto en el pH de trabajo.

- 8.0 Elaborar el grafico $pe = f(\text{volumen})$ a partir de los datos experimentales de ΔE así como la gráfica de $\Delta(\Delta E) = f(v_{\text{promedio}})$. Determinar el volumen de equivalencia experimental.
- 9.0 Con el volumen de equivalencia experimental determinar el contenido de cloro en la muestra. Comparar con el valor encontrado con la titulación monitoreada con indicador visual.
- 10.0 Proponer una función de Gran que permita determinar el volumen de equivalencia experimental por Extrapolación a la ordenada al origen:

$$[F(G)]_{v=v_{eq}} = 0$$
