

ESTUDIO INTRODUCTORIO A LAS TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS. YODOMETRIA

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

1. INTRODUCCIÓN

En las reacciones electroquímicas la partícula intercambiada es el electrón. La reacción general puede expresarse como:



Este proceso se ve afectado por la fuerza iónica, la temperatura y las reacciones colaterales que afecten las concentraciones efectivas de M y N^{n-} .

Desde la visión electroquímica éste proceso se caracteriza por el valor del potencial normal de reducción, $E^{\circ}N/Mm^-$, el valor se obtiene experimentalmente al comparar el proceso redox de interés (se asume que es de reducción, cátodo) contra un proceso redox de referencia por convención es H^+/H_2 (Electrodo Normal de Hidrógeno, que se asume como oxidación, ánodo).

La ecuación fundamental para estudiar estos procesos es la de Nerst-Peters que relaciona el potencial de media celda con las concentraciones de las especies oxidante (M) y reductora (N^{n-}) y a 25°C se expresa como:

$$E = E^{\circ} - \frac{0.06V}{n} \log \left(\frac{[N^{n-}]}{[M]} \right) \quad (2)$$

En el presente documento denominaremos a $[M]$ y $[N^{n-}]$ como las concentraciones efectivas de las especies M y N^{n-} , respectivamente; es decir, las concentraciones de las formas químicas M y N^{n-} específicamente.

Desde la visión termodinámica la reacción (1) se considera como una reacción de formación en donde la especie N^{n-} es el donador, la especie m es el aceptor y los electrones son la partícula: la constante correspondiente se calcula como:

$$\log k_f = \frac{E^0(n)}{0.06V} \quad (3)$$

Y se expresa como:

$$k_f = \frac{[N^{n-}]}{[M][e^-]^n}$$

Los usos que se le han dado a las reacciones electroquímicas son muy variados y en química analítica no es la excepción.

Para la determinación del contenido de ácido ascórbico en pastillas de Vitamina C o en bebidas y alimentos; por lo general se emplea una titulación iodométrica empleando yodo como titulante directamente sobre la muestra disuelta en agua.

2. REFLEXIONES PREVIAS (INVESTIGACIÓN PREVIA)

1. ¿Cuáles son las variables que afectan las reacciones electroquímicas?
2. Condiciones experimentales necesarias para la yodometría.
3. ¿Cómo se prepara una disolución acuosa de yodo?
4. Normalización de una disolución de yodo
5. Oxidantes y reductores de uso común en química analítica.
6. Características de un patrón primario
7. ¿Qué es potenciometría?
8. ¿Cuáles son las partes de una celda potenciométrica?
9. ¿Cuáles son las características de un electrodo de referencia?
10. Normalización de la disolución de yodo
11. Investigar los potenciales normales de los pares I_2/I^- , $S_2O_3^{2-}/S_4O_6^{2-}$, $C_6H_8O_6/C_6H_6O_6$.

3. OBJETIVOS DE APRENDIZAJE

GENERALES

1. Estudiar las potencialidades y los parámetros que afectan a las reacciones electroquímicas.
2. Utilizar los procesos de oxido-reducción en la caracterización y/o cuantificación.
3. Utilizar alguno de los modelos disponibles para explicar y predecir el comportamiento de los procesos oxido-reducción.

PARTICULARES

1. Identificar los componentes de la celda potenciométrica.
2. Utilizar las escalas de predicción de reacciones.
3. Aplicar las Tablas de Concentraciones al Equilibrio y de Variación de Concentraciones en el contexto de las reacciones oxido-reducción.
4. Entender el concepto de cuantitatividad y su importancia en la calidad del resultado analítico obtenido.
5. Extraer información de los resultados obtenidos en una titulación potenciométrica.
6. Entender la importancia del correcto uso de los instrumentos, materiales y reactivos.

4. PARTE EXPERIMENTAL

Equipos, materiales, reactivos y disoluciones

Revisar el documento anexo correspondiente

Actividades experimentales

Actividad 1. Preparación de la disolución de KI_3 0.005 mol/L

1. Pesar aproximadamente, 4 g de KI en un vaso de precipitados. Adicionar al mismo vaso 1.3 g de I_2 y 10 mL de agua. Agitar por varios minutos (el I_2 se disuelve lentamente en la disolución de KI).
2. Con cuidado decantar todo el líquido a un matraz volumétrico de 1 L y llevar a la marca de aforo. Es importante que no pasa nada del I_2 no solubilizado (sólido) ya que se disolverá con el tiempo y la concentración cambiará.

Actividad 2. Normalización de la disolución de tiosulfato de sodio 0.02 mol/L

1. Colocar en un vaso de precipitados de 50 mL, limpio y seco, un volumen de disolución de tiosulfato. Llenar la bureta con la disolución.
2. En un matraz Erlenmeyer tomar un volumen adecuado de la disolución de yodato de potasio para gastar el 75 % de la bureta, 0.6 g de KI y agua hasta aproximadamente 50 mL. Agitar para disolver y adicionar 10 mL de H_2SO_4 4 mol/L.
3. Titular con la disolución de tiosulfato. Cuando la disolución de yodo adquiere una coloración amarillo pálido agregar 1 mL de la solución de almidón, la disolución toma una coloración azul intenso, continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.
4. Repetir la titulación otras dos veces para tener tres datos.
5. Registrar los resultados en la bitácora.

Actividad 3. Normalización de la disolución de KI_3 0.005 mol/L con tiosulfato de sodio.

1. Volver a llenar la bureta con la disolución de tiosulfato
2. De la disolución de KI_3 tomar un volumen adecuado para gastar el 75 % de la bureta, transferirlo a un matraz Erlenmeyer de 125 mL, adicionar agua hasta aproximadamente 50 mL y 10 mL de ácido sulfúrico 4 mol/L.
3. Titular con la disolución de tiosulfato. Cuando la disolución de triyoduro adquiere una coloración amarillo pálido agregar 1 mL de la solución de almidón, la disolución toma una coloración azul intenso, continuar la titulación hasta la desaparición del color azul.
4. Repetir la titulación otras dos veces para tener tres datos.
5. Registrar los resultados en la bitácora.

Actividad 4. Titulación potenciométrica de la disolución de ácido ascórbico estándar.

1. Colocar en un vaso de precipitados de 50 mL, limpio y seco, un volumen de disolución de triyoduro. Llenar la bureta con la disolución.
2. Pesar la cantidad necesaria de ácido ascórbico tal que se gaste el 75 % de la bureta al volumen de punto final de la titulación. Adicionar agua hasta aproximadamente 50 mL.
3. Introducir los electrodos y conectarlos al multímetro.

NOTA: Cuidar que el electrodo de referencia quede conectado al cable negro del multímetro.
4. Con agitación constante titular con la disolución de triyoduro y tomar la lectura de potencial después de cada adición.
5. Registrar los resultados en la bitácora.

5. APOYO PARA EL MANEJO RESULTADOS Y LA DISCUSIÓN

Actividad 2. Normalización de la disolución tiosulfato de sodio 0.02 mol/L

1. Calcular la concentración promedio del tiosulfato de sodio.
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. Normalización de la disolución triyoduro 0.005 mol/L

1. Calcular la concentración promedio del triyoduro.

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 4. Titulación potenciométrica de la disolución estándar.

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. Determinar el valor del E° puede hacer por inspección visual de la gráfica de titulación o por el gráfico de Gran.
5. Determinar la pureza del ácido ascórbico.

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