

## Práctica 2: Determinación de concentraciones y las diversas maneras de expresarla (titulaciones redox)

**Problema a resolver:** Para plantear el objetivo e hipótesis de la práctica se recomienda leer el protocolo completo, ya que la práctica está dividida en dos problemas experimentales. Se puede plantear un objetivo y una hipótesis por cada problema experimental, si lo consideras adecuado.

### Primera parte: Estandarización del titulante

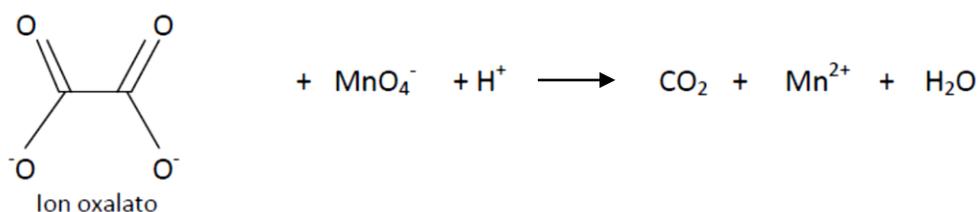
#### Problemas

- Determinar la concentración exacta de una disolución de  $\text{KMnO}_4$  aproximadamente 0.02M.

#### Introducción

Cuando la muestra cuya concentración exacta se desea determinar no tiene propiedades ácido-base, no es posible realizar titulaciones como las que hemos hecho hasta el momento. Sin embargo, si la muestra problema es capaz de oxidarse, será posible determinar su concentración mediante una valoración con un oxidante fuerte. El permanganato de potasio es un reactivo muy utilizado para este fin, pues tiene además la ventaja de que sus soluciones poseen una coloración muy intensa, mientras la forma que adopta al reducirse en medio ácido, el  $\text{Mn}^{2+}$ , es prácticamente incoloro. Esta propiedad permite detectar el punto final de la reacción sin necesidad de agregar un indicador visual como hemos hecho en las titulaciones ácido-base. Sin embargo, al igual que el  $\text{NaOH}$  que empleamos como titulante en las valoraciones ácido-base, el  $\text{KMnO}_4$  no puede usarse como patrón primario, precisamente porque al ser un oxidante muy fuerte puede haber reaccionado parcialmente ya con algún reductor con el que hubiera entrado en contacto. Es común entonces que en una muestra de  $\text{KMnO}_4$  no todo el manganeso se encuentre presente como  $\text{Mn}^{\text{VII}}$ .

La sustancia que se emplea como *patrón primario* para determinar la concentración de las disoluciones de  $\text{KMnO}_4$  es el oxalato de sodio. La reacción de óxido-reducción (redox) que se lleva a cabo es:



Recordemos que para los ácidos la normalidad depende del número de iones  $\text{H}^+$  que participan en la reacción, así, una solución 1M de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  es 2N. Es decir, la normalidad es igual a la molaridad por el número de partículas  $\text{H}^+$  que participan en la reacción. Para las reacciones redox, la normalidad de un reactivo depende del número de electrones que participan en la reacción y es igual a la molaridad por el número de electrones que ese reactivo intercambia durante la reacción.

### Investigación y tarea previa

*Nota: Consultar los documentos de apoyo: Números de oxidación y Balanceo ion-electrón en la liga del amy*

- 1.- ¿Qué es una reacción de óxido-reducción?, ¿Qué tipo de partícula se intercambia en dichas reacciones?
- 2.- ¿Qué es un oxidante (agente oxidante), y que es un reductor (agente reductor)?
- 3.- Clasifica las siguientes afirmaciones como Verdaderas o Falsas. En caso de que **sean falsas**, justifica tu respuesta.
  - a) Un reductor, gana electrones.
  - b) La oxidación es una pérdida de electrones.
  - c) Si un elemento se reduce, aumenta su número de oxidación.
  - d) Durante una reacción de óxido reducción, el oxidante se oxida.
  - e) Una reducción es una ganancia de electrones.
  - f) Un elemento en su forma oxidada, es un reductor.
  - g) Un aceptor de electrones es un oxidante.
  - h) Un donador de electrones se oxida.
  - i) El sodio metálico es un reductor muy fuerte.
  - j) El  $F^-$  es un muy buen oxidante.
- 4.- ¿Qué es un patrón primario? ¿Qué características debe tener?
- 5.- Balancea las ecuaciones de las reacciones que se van a llevar a cabo en la práctica, usando el método del ion-electrón. Toma en cuenta la siguiente información:
  - a) Reacción 1: Se recomienda balancear primero la reacción iónica entre el ion oxalato y el ion permanganato en medio ácido. Considera que el número de oxidación de los carbonos en el oxalato es de  $3^+$  y en el dióxido de carbono de  $4^+$ .
  - b) Una vez balanceada la ecuación iónica, usa ésta como base para completar la ecuación molecular, entre el oxalato de sodio  $Na_2C_2O_4$  y el permanganato de potasio en presencia de ácido sulfúrico, para dar como productos principales, dióxido de carbono y sulfato de manganeso (II).
  - c) Reacción 2: Balancea la reacción de óxido-reducción entre los iones  $Fe^{2+}$  y  $MnO_4^-$  en medio ácido, que produce  $Mn^{2+}$  y  $Fe^{3+}$ .
  - d) Completa la ecuación iónica anterior y escribe la ecuación molecular entre el sulfato de hierro (II) y el permanganato de potasio en presencia de ácido sulfúrico (Nota: multiplica x2 cada uno de los coeficientes estequiométricos de la ecuación iónica antes de completar la ecuación).
  - e) Reacción 3: Escribe completa y balanceada la reacción entre el permanganato de potasio con el agua oxigenada, en presencia de ácido sulfúrico.

### Material por equipo

1 bureta de 50 mL con pinzas	Matraces Erlenmeyer
Vasos de precipitados	Mechero con manguera y tripié
Espátula	Piseta
Soporte universal	Agitador
Pipeta volumétrica de 10 mL	Balanza

### Reactivos

#### Estandarización del $\text{KMnO}_4$

Disolución de  $\text{KMnO}_4 \gg 0.02\text{mol/L}$

(Máximo 100mL en total por equipo *para todos los experimentos*)

Oxalato de sodio o potasio

(Aprox. 0.3g por equipo)

$\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4) (Aproximadamente 20mL en total)

Agua destilada *caliente*

### Procedimiento:

#### 1. Valoración del $\text{KMnO}_4$ aproximadamente 0.02M

Pesar en una balanza analítica aproximadamente 0.1g de oxalato de sodio o potasio y disolverlo en aproximadamente 10mL de agua destilada caliente en un matraz Erlenmeyer. Es necesario utilizar agua caliente porque la reacción es muy lenta, especialmente al principio. Añadir lentamente y por las paredes 5mL del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:4. Cuidado, el ácido está concentrado, recuerda que la reacción de los ácidos con agua es exotérmica.

Valorar con la solución de permanganato contenida en una bureta, agitando continuamente y colocando un papel blanco debajo del matraz Erlenmeyer para apreciar bien los cambios de coloración. Al principio, con cada gota de permanganato que cae, la solución de oxalato se torna rosa, pero el color desaparece rápidamente con la agitación, el punto de equivalencia llega cuando el color permanece por unos 20 segundos.

Tomar nota del volumen de  $\text{KMnO}_4$  gastado.

Repetir dos veces más, adicionando volúmenes más pequeños al acercarse el punto de equivalencia esperado. Con los valores de masa de oxalato pesado y volumen de permanganato gastado y tomando en cuenta los coeficientes estequiométricos para la reacción balanceada, realizar los cálculos necesarios para llenar la tabla 1.

Guardar la disolución valorada de permanganato de potasio en un frasco de vidrio ámbar, o en su defecto en una botella de plástico o de vidrio perfectamente forrada con papel aluminio, para su uso en las siguientes dos partes de la práctica. Etiquetar con el nombre de la disolución, concentración determinada experimentalmente, fecha y número de equipo.

**Resultados:** A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas la siguiente tabla como guía.

**Tabla 1. Titulación de la disolución de permanganato de potasio**

Reacción: $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}(\text{ac}) + \text{MnO}_4^{-}(\text{ac}) \longrightarrow \text{CO}_2(\text{g}) + \text{Mn}^{2+}(\text{ac})$						
Alícuota	Masa de oxalato (g)	Cantidad de oxalato (mol)	Relación estequiométrica (ión oxalato : ión permanganato)	Cantidad de $\text{KMnO}_4$ (mol)	Volumen de $\text{KMnO}_4$ consumido (mL)	Molaridad de la disolución de $\text{KMnO}_4$ (M)
1						
2						
3						
Promedio:						

**Análisis de resultados:**

1. Calcula el % de error, comparando la concentración determinada experimentalmente con el valor esperado. Emplea el criterio señalado en la siguiente tabla para calificar tus resultados:

Intervalo de % error	Calificación
De 0 a 1 %	Excelente
De 1 a 5 %	Muy bueno
De 5 a 10 %	Aceptable
De 10 a 20 %	Mejorable
Mayor a 20 %	Inaceptable

- ¿Qué tan semejante es la concentración de la disolución determinada con respecto a la esperada?
- ¿Con qué se relaciona el porcentaje de error, en términos de la precisión o exactitud de la determinación?
- ¿Qué tan semejantes son entre sí los tres valores de molaridad obtenidos para cada alícuota? Calcula la desviación estándar y el coeficiente de variación CV. De acuerdo con el criterio establecido en la siguiente tabla, califica la precisión para la titulación del permanganato de potasio y da una posible explicación sobre el resultado obtenido.

CV	Calificación
De 0 a 1 %	Trabajo muy preciso
De 1 a 5 %	Trabajo reproducible y preciso
De 5 a 10 %	Trabajo poco preciso y mejorable
De 10 a 20 %	Procedimiento experimental con descuidos graves
Mayor a 20 %	Trabajo errático y poco reproducible

**Segunda parte: Aplicaciones de las titulaciones**

**Problemas**

- Determinar el porcentaje de Fe<sup>2+</sup> en una sal ferrosa usando permanganato de potasio como titulante.
- Determinar la concentración de una disolución de peróxido de hidrógeno.

**Material por equipo**

1 bureta de 50 mL con pinzas  
Vasos de precipitados  
Espátula  
Soporte universal

Matraces Erlenmeyer  
Piseta  
Balanza

**Reactivos:**

**Identificación de la sal**  
Sal desconocida de Fe<sup>2+</sup>  
(Aprox. 0.5 g por equipo)  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:4) (aproximadamente 20 mL)  
Solución valorada de KMnO<sub>4</sub>

**Valoración de producto comercial**  
Solución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> comercial  
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:4) (aproximadamente 20 mL)  
Solución valorada de KMnO<sub>4</sub>

**Procedimiento:**

**2. Valoración de la sal ferrosa**

Pesar cuidadosamente 0.15 g de la sal ferrosa y disolverla en 10mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:4. Se va agregando la solución de KMnO<sub>4</sub> de la bureta con agitación constante. La titulación termina cuando la solución, que en un inicio es incolora, se torna rosa pálido y esta coloración se mantiene por aproximadamente 20 segundos.

Tomar nota del volumen de KMnO<sub>4</sub> gastado. Repetir dos veces más, adicionando volúmenes más pequeños al acercarse el punto de equivalencia esperado. Con los valores de masa de sal ferrosa pesada y volumen de permanganato gastado y tomando en cuenta los coeficientes estequiométricos para la reacción balanceada, realizar los cálculos necesarios para llenar la tabla 2

**Resultados:** A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas la siguiente tabla como guía.

**Tabla 2. Determinación de la cantidad de hierro presente en la sal.**

Reacción: $\text{___ Fe}^{2+}_{(ac)} + \text{___ MnO}_4^{-}_{(ac)} \longrightarrow \text{___ Fe}^{3+}_{(ac)} + \text{___ Mn}^{2+}_{(ac)}$							
Alícuota	Concentración molar del KMnO <sub>4</sub> (M)	Volumen de KMnO <sub>4</sub> consumido (mL)	Cantidad de MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> (mol)	Cantidad de Fe <sup>2+</sup> presente en la sal (mol)	Masa de hierro presente en la sal (g)	Masa de la sal ferrosa (g)	% m/m de hierro presente en la sal (%)
1							
2							
3							
						Promedio	

**Identificación de la sal:**

La sal ferrosa puede tratarse de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  o de cloruro ferroso hexahidratado  $(\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ . Con base en el porcentaje de  $\text{Fe}^{2+}$  determinado en la muestra, decir de qué sal se trató. Nota: para ello es necesario determinar primero el % m/m teórico de hierro presente en cada una de las posibles sales y comparar con el resultado experimental

**Procedimiento:**

**3. Valoración del  $\text{H}_2\text{O}_2$  comercial**

Realiza una dilución de la muestra comercial, para ello toma 5 mL del agua oxigenada comercial y agrega suficiente agua destilada para llegar a un volumen final de 50 mL en un matraz aforado.

Una vez preparada la dilución, transferir con una pipeta 10 mL de la disolución a un matraz Erlenmeyer limpio, no necesariamente seco y añadir lentamente y por las paredes 10 mL del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:4. **Cuidado, el ácido está concentrado y puede dar lugar a una reacción exotérmica.**

Con la disolución valorada de  $\text{KMnO}_4$  titular la disolución de peróxido de hidrógeno. El punto de equivalencia se alcanza cuando la solución valorada adquiere una coloración rosa pálido que no desaparece con la agitación. Tomar nota del volumen de titulante gastado.

Repetir la titulación dos veces más, adicionando volúmenes más pequeños al acercarse el punto de equivalencia esperado. Conociendo el volumen de permanganato gastado y tomando en cuenta los coeficientes estequiométricos para la reacción balanceada, realizar los cálculos necesarios para completar la tabla 3.

**Resultados:** A fin de organizar mejor tu información, puedes utilizar si lo deseas la siguiente tabla como guía.

**Tabla 3. Valoración de peróxido de hidrógeno.**

Reacción: $\text{___ H}_2\text{O}_2(\text{ac}) + \text{___ MnO}_4^-(\text{ac}) \longrightarrow \text{___ O}_2(\text{g}) + \text{___ Mn}^{2+}(\text{ac})$							
Alícuota	Concentración molar del $\text{KMnO}_4$ (M)	Volumen de $\text{KMnO}_4$ consumido (mL)	Cantidad de $\text{MnO}_4^-$ (mol)	Cantidad de $\text{H}_2\text{O}_2$ que reaccionó (mol)	Masa de $\text{H}_2\text{O}_2$ que reaccionó (g)	Volumen de $\text{H}_2\text{O}_2$ (alícuota) (mL)	% m/V de $\text{H}_2\text{O}_2$ en la muestra (%)
1							
2							
3							
Promedio:							

**Análisis de resultados:**

1. A partir de la concentración determinada para la disolución analizada, calcula el % (m/V) para la disolución de agua oxigenada comercial. Considera que para analizarla se realizó una dilución.
2. Considerando la concentración reportada por el fabricante, ¿Qué tan semejante resultó el % (m/V) obtenido? Argumenta tu respuesta usando el % de error
3. Calcula la desviación estándar y el coeficiente de variación y califica tu trabajo experimental.

**Tratamiento de los residuos generados durante la práctica:**

Todas las soluciones valoradas son muy ácidas; para verterlas en la tarja, habrá que neutralizarlas previamente. Si hay presencia de un sólido café oscuro, se trata de  $\text{MnO}_2$ , que deberá filtrarse y puede tirarse a la basura.

**Conclusiones**

¿Qué procedimiento experimental permite conocer la concentración exacta de una disolución?, ¿Cuándo es necesario realizar este procedimiento?

Reporta la concentración exacta de las disoluciones determinadas durante la práctica.