

Valoración potenciométrica a microescala de ácido acético como método de enseñanza en el laboratorio de química analítica

Rafael Manuel de Jesús Mex-Álvarez^{*1}, David Yanez-Nava², Patricia Margarita Garma-Quen³,
María Magali Guillen-Morales¹, María Isabel Novelo-Pérez¹ y Diana E. Robaldino Pool¹

Laboratorio de Análisis de Medicamentos¹, Laboratorio de Ciencias Ambientales²,
Laboratorio de Microbiología Farmacéutica³
Facultad de Ciencias Químico Biológicas
Universidad Autónoma de Campeche
Campeche, Camp.; México

*Autor de correspondencia: rafammex@uacam.mx

Abstract— The alkalimetric analysis of the acetic acid in microscale was implemented with the help of micropipettes and a potentiometer as an experimental tool for the facilitation and mobilization of knowledge of acid-base volumetry in the Analytical Chemistry laboratory, both the concentration and the estimation of the acetic acid pKa provided as a problem to 12 students who individually completed the triplicate experience after a previous training; the results obtained by the same students were compared using burette titration alkalimetry. The results allow us to consider that the technique used is good and similar to the conventional technique since the concentration of acetic acid by the macroscale technique was 0.06694 M vs 0.06547 M by the microscale technique, it was also estimated that the pKa of acetic acid was 4.73, very similar to the value reported in the literature of 4.74; The microscale technique allows savings in supplies and a reduction in the environmental impact due to residues from the practice, since it only consumed 0.12 L of the reagent and 0.4 g of sodium hydroxide against the 1.39 L of standard solution and 4.82 g of NaOH per practice.

Keyword: Alkalimetry, Titration curve, Acidity constant

Resumen— Se implementó el análisis alcalimétrico del ácido acético en microescala con la ayuda de micropipetas y un potenciómetro como una herramienta experimental para la facilitación y movilización de saberes de volumetría ácido-base en el laboratorio de Química Analítica, se determinó tanto la concentración como la estimación de la pKa del ácido acético proporcionado como muestra problema a 12 estudiantes que de manera individual realizaron la experiencia por triplicado después de un entrenamiento previo; se comparó los resultados obtenidos por los mismos estudiantes usando la alcalimetría por titulación con bureta. Los resultados permiten considerar que la técnica empleada es buena y similar a la técnica convencional pues la concentración de ácido acético por la técnica a macroescala fue de 0.06694 M vs 0.06547 M de la técnica a microescala, además se estimó que el pKa del ácido acético era de 4.73 muy similar al valor reportado en la literatura de 4.74; la técnica a microescala permite un ahorro en los insumos y una reducción del impacto ambiental por residuos de la práctica pues solamente consumió 0.12 L del reactivo y 0.4 g de hidróxido de sodio contra los 1.39 L de solución estándar y 4.82 g de NaOH por práctica.

Palabras Clave: Alcalimetría, Curva de titulación, constante de acidez

I. INTRODUCCIÓN

El pH es una propiedad fisicoquímica de las sustancias que determina la concentración de iones hidrógeno libre; en medio acuoso el pH tiene un rango de 0 a 14 por el valor de la constante de ionización del agua (pK_w) y está relacionado con el pOH, es decir, con la concentración de iones hidroxilo, de una manera recíproca (Baeza, 2003. Cañez, 2011). Los ácidos son sustancias que en solución acuosa liberan iones hidrógenos, pero esa capacidad de aportación de hidrogeniones dependerá de una propiedad intrínseca denominada constante de acidez que determina la extensión de la ionización de un ácido; por

eso, los ácidos se clasifican en fuertes si se ionizan totalmente y en débiles si solamente una porción de las moléculas del ácido lo hacen (González y Urzúa, 2012. Marín et al, 2014).

Además, los ácidos tienden a reaccionar con las bases y neutralizarse (formar agua), este principio se emplea en la volumetría ácido-base para determinar la concentración de analitos ácidos (alcalimetría) o bases (acidimetría) (Baeza, 2003. Marín et al, 2014). Las titulaciones volumétricas son el procedimiento analítico que sirven para cuantificar la concentración de una sustancia por medición del volumen de una solución patrón o de concentración conocida; el punto final se monitorea con un indicador o un instrumento analítico y debe ser cercano al punto de equivalencia (Valdivia y Ormachea, 2007. Pérez et al, 2010). Los indicadores químicos de pH son muy eficientes y ampliamente usados; pero presentan algunos inconvenientes: a veces el vire del color no es suficientemente claro, no se pueden usar con matrices coloridas y se debe conocer el pH en el punto de equivalencia para seleccionar el más adecuado; entre otros (Rincón y Pérez, 2003. López et al, 2005).

La enseñanza de este tema en licenciatura es complicada por los prejuicios de los estudiantes como suponer que la neutralización es la formación de sales o que las sales generan soluciones neutras en medio acuoso; también se presentan dificultades para el cálculo de pH de ácidos débiles y el manejo del pKa (Baeza, 2003. Marín et al, 2014). Por ello se propone la realización de la titulación potenciométrica a microescala de un ácido débil por los siguientes motivos: la experimentación facilita el aprendizaje de los conceptos clave y genera interés e incentiva al estudiante para indagar más sobre el tema, al adecuarse para microescala se reduce los volúmenes de reactivo empleado y de desechos generados con el consiguiente ahorro y la disminución del impacto ecológico, pues la alcalimetría o valoración volumétrica ácido-base es una práctica muy común que consume mucho reactivo y genera una gran cantidad de reactivos que deben ser desechados por ello migrar la técnica a microescala supone no solamente un ahorro económico sino disminución del impacto ecológico por reducción de desechos químicos (Pérez et al, 2011. Romero et al, 2012. Pérez et al, 2014).

II. MÉTODO

Se organizó a los estudiantes en cuatro equipos de trabajo de tres integrantes cada uno y se les instruyó para realizar el trabajo experimental para la cuantificación de ácido acético por dos métodos y por triplicado cada método; el primero fue el volumétrico clásico usando una bureta de 25.0 mL, 25mL de muestra problema y como indicador una solución etanólica de fenolftaleína 0.1%; el segundo se realizó con una micropipeta de 10-100 μ L para añadir alícuotas de 100 μ L, un volumen de muestra problema de 1.0 mL (volumen final 50 mL ajustado con agua destilada) y un potenciómetro de mesa, la titulación potenciométrica a microescala supone la adición de volúmenes pequeños en el orden de microlitros con la micropipeta en vez de añadir el titulante con la bureta, una vez añadido el volumen respectivo se agitó con un miniagitador (0.5 cm) en una placa de agitación y cuando se llegaba a la homogenización y el equilibrio de la reacción (lectura estable del potenciómetro) se registraba el pH. En las titulaciones se empleó una solución patrón de NaOH previamente estandarizada con biftalato de potasio (NaOH 0.08671 M). Para el análisis de los datos se procesaron en Excel [®] para los cálculos y elaboración de los gráficos de la curva de titulación (datos experimentales, primera y segunda derivada) y en el software SPSS V25.0 se realizó el análisis estadístico.

III. RESULTADOS

La cuantificación del ácido acético por el método convencional dio una concentración de 0.06694 ± 0.00039 M mientras que el valor obtenido por el método de microescala fue de 0.06547 ± 0.00058 M; la distribución de los valores obtenidos en las doce determinaciones se muestran en la figura 1, se

puede apreciar que el valor de concentración estimada por ambos métodos son muy semejantes sin diferencia estadística significativa, aunque la concentración del ácido determinada por la técnica a microescala es menor que el valor conseguido en la técnica convencional; esto resulta predecible porque en la técnica a microescala se usaron incrementos de 100 μL del titulante y la incertidumbre aumenta al disminuir el volumen usado (1.3% en la técnica a microescala mientras que representa solamente el 0.5% en la técnica de macroescala) por ello la técnica de microescala tuvo un mayor coeficiente de variación (0.88%) comparado con el de la técnica convencional (0.58%).

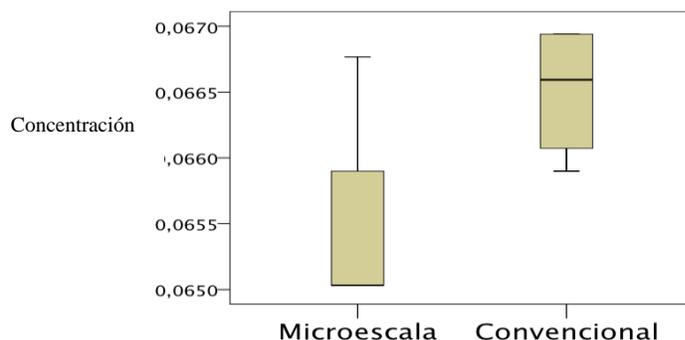


Figura 1. Concentraciones (expresadas en molar) de ácido acético obtenidas por ambos métodos.

Al comparar los recursos empleados en las dos técnicas durante la sesión experimental se obtiene la tabla 1, en la cuál se pueden comparar el ahorro en reactivos que se obtiene en la técnica de microescala, además se estima la cantidad de hidróxido de sodio requerida para una sesión práctica en una escuela que tenga cuatro grupos y seis equipos por grupos con un total de seis réplicas por grupo (tres para la estandarización del hidróxido y tres para la determinación del ácido acético).

Tabla 1. Consumo de reactivos por ambas técnicas analíticas.

	Convencional	Microescala
Volumen equivalente (mL)	19.3	0.760
Volumen total (L)	1.39	0.12
g de NaOH requerido	4.82	0.4

Adicionalmente, una ventaja que presenta la técnica potenciométrica es que con los datos obtenidos en ella se puede graficar la curva de titulación; en éstas se puede apreciar un importante incremento de pH cerca del punto de equivalencia, el incremento está relacionado con la K_a del ácido pues está relacionada con su fuerza (mayor constante representa mayor acidez); si se tratan los datos obtenidos por el método de la primera derivada se obtiene una gráfica con un pico que representa el punto de equivalencia y por el método de la segunda deriva se obtiene un curva que corta al eje de las abscisas en el volumen equivalente. Inicialmente se simuló en Excel[®] los valores de pH esperados en las condiciones experimentales (círculos) y estos se comparan con los valores obtenidos experimentalmente (cuadrados), como se aprecia en la figura 2.

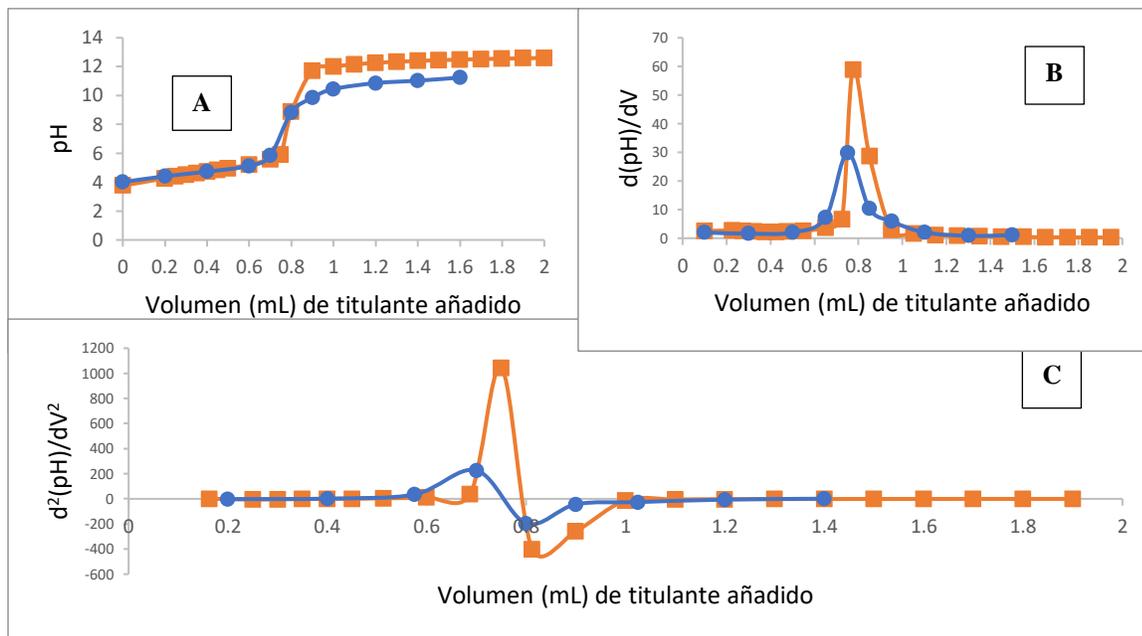


Fig. 2. Curvas de titulación: A) curva de titulación lineal, B) gráfica de primera derivada y C) Gráfica de segunda derivada.

Las diferencias observadas, en parte, son consecuencia de que los cálculos se realizaron sobre la base del ácido acético original; pero cuando se titula se adiciona un volumen de agua para proporcionar cuerpo al sistema que permita monitorear el pH, esta dilución incrementa el pH y diluye al ácido originando que las variaciones del pH no sean tan pronunciadas como las predichas. Por otra parte, una ventaja adicional del método potenciométrico es que a la mitad (cuando se ha adicionado la mitad del volumen de equivalencia) el pH debería corresponder al pKa del ácido; así se estimó la pKa del ácido acético (figura 3) cuyo valor obtenido fue muy aproximado al valor teórico (4.74).

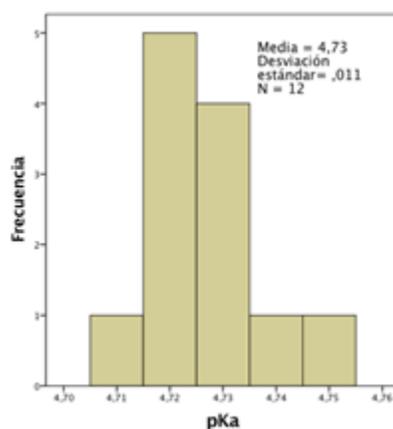


Fig. 3. Valores de pKa del ácido acético obtenidos por la técnica potenciométrica.

IV. CONCLUSIÓN

El método de microescala para la cuantificación de ácido acético con hidróxido de sodio es comparable analíticamente con el método tradicional; pero es más atractivo pedagógicamente porque permite enseñar los conceptos de ácido débil, pKa y obtener gráficos que los estudiantes pueden discutir y analizar.

REFERENCIAS

- Baeza, A. (2003). Titulaciones ácido-base: Potenciométricas a microescala total con microsensors de pH y de referencia de bajo costo. *Revista chilena de educación científica*, 1(2), 16-19.
- Cañez, C.M.G., García, A.A.M., Bernal, M.A.T., Federico, P.R.A., Wicochea, R.J.D. (2011). Conductimetría y titulaciones, ¿cuándo, por qué y para qué?. *Educación química*, 22(2), 166-169.
- González, Urzúa. (2012). Experimentos químicos de bajo costo: un aporte desde la microescala. *Revista Eureka sobre Enseñanza y Divulgación de las Ciencias*, 9(3), 401-409.
- López, C.K., García, M.A., de Santiago, A., Baeza, A. (2005). Química analítica a microescala total: Microconductimetría. *Revista Cubana de Química*, 17(1), 19.
- Marín, M.A., García, M.A., de Santiago, Z.A. (2014). Diseño, construcción y caracterización de titulaciones microcoulombimétricas ácido-base con monitoreo visual y micropotenciómetro: Aproximación metrológica. *Revista Cubana de Química*, 26(2), 126-136.
- oxidorreducción a microescala en docencia. *Tecnología en Marcha*, 24 (2), 44-52.
- Pérez, S.J., Rincón, A.S., Cisneros, V.M. (2015). Multímetro como sistema de medición alternativo en las valoraciones potenciométricas. *Tecnología en Marcha*, 28(3), 25-44.
- Pérez, S.J., Rincón, A.S., Fuentes, A.F. (2014). Elaboración y prueba de un electrodo para la cuantificación de cloruro de potasio y bromuro de potasio. *Tecnología en Marcha*, 27(3), 80-87.
- Pérez, S.J.J., Rincón, A.S., Hernández, C. C., Romero, C.G. (2011). Potenciometría de
- Pérez, S.J.J., Rincón, A.S., Valencia, A.Y.I. (2010). Ultramicrovaloración potenciométrica de sulfato ferroso amoniacal con tres diferentes oxidantes. *Educación química*, 21(1), 70-77
- Rincón, A.S., Pérez, S.J.J. (2003) Potenciometría con volúmenes a nivel de microescala en educación. *Educación química*, 14(3), 14-151.
- Romero, G., López, A., Rincón, S., Pérez, J.J., Pescador, J.C., Pérez, A.J. (2012) Comparación entre electrodos posai y electrodos comerciales en la titulación potenciométrica de sulfametoxazol y trimetoprima. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, 3(2), 107-114.
- Valdivia, Z.B., Ormachea M.M. (2007). Titulaciones de precipitación a escala normal y a microescala. *Revista Boliviana de Química*, 24(1), 38-40