

IMPLEMENTACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN TITULADOR POTENCIOMÉTRICO COMPUTARIZADO

Montoya E. ⁽¹⁾ emontoya@ipen.gob.pe; Rodríguez I. ⁽¹⁾

(1) *Departamento de Química – IPEN / Lima, Perú*

INTRODUCCIÓN

Las titulaciones potenciométricas continúan teniendo una gran importancia en el trabajo de los laboratorios de análisis químico de diversa índole, así como en los programas de estudio de las carreras de Química o relacionadas con esta disciplina. Al mismo tiempo, dichas titulaciones han sido frecuentemente criticadas como tediosas y laboriosas (1-3). En nuestros laboratorios las titulaciones potenciométricas son importantes para determinar el rendimiento de diversas separaciones radioquímicas y como complemento a las técnicas nucleares en algunos análisis. Debido al alto costo de los tituladores potenciométricos automáticos de tipo comercial, algunos autores han propuesto alternativas de relativamente bajo costo (4,5), que pueden ser construidas o implementadas en laboratorios analíticos de investigación, servicios o docencia. El presente trabajo describe un sistema controlado por computador, desarrollado y utilizado en los laboratorios del Departamento de Química de la Dirección General de Promoción y Desarrollo Tecnológico del IPEN.

1. PARTE EXPERIMENTAL

La Figura 1 muestra un esquema del sistema implementado. Se ha empleado un medidor de pH – plon ORION 920 EA, cuya salida digital de datos RS232, está conectada a una computadora personal Pentium IBM compatible. Para todos los experimentos se ha usado un electrodo de referencia ORION de doble unión líquida con cubierta epóxica (número de catálogo 900200). Para las titulaciones ácido - base se ha empleado un electrodo de vidrio ORION modelo 91-01, mientras que para las titulaciones de formación de complejos con EDTA se empleó un electrodo selectivo para iones Cu^{+2} ORION 9429BN. Como electrodos indicadores para las titulaciones de óxido – reducción y de precipitación argentométrica, se emplearon alambres delgados de platino o plata respectivamente. Todos los reactivos empleados fueron de grado analítico y se utilizaron sin ningún tratamiento adicional.

En lugar de una bureta se ha empleado una bomba peristáltica LKB bromma 2115 multiperplex, operando a baja velocidad y con tubería de TYGON™ de 0.5 mm de diámetro interno. Para homogeneizar la solución se empleó un agitador

magnético de velocidad constante (375 RPM) METROHM tipo E 505. Debido a que tanto el agitador magnético como la bomba peristáltica trabajan con motores analógicos solo se efectúan controles de encendido / apagado sobre dichos componentes, empleando dos de las salidas digitales de una tarjeta PCL 711B de ADVANTECH, instalada en la computadora. Tanto la adquisición de datos experimentales como el control del experimento están a cargo de un programa elaborado en el sistema de desarrollo LabWindows CVI versión 5.0 de NATIONAL INSTRUMENTS.

Antes de realizar las titulaciones la velocidad de la bomba se ajusta manualmente, para obtener un flujo de $0,0040 \text{ mL s}^{-1}$ y se verifica la repetibilidad de la cantidad de reactivo valorante suministrado por la bomba, midiendo varias veces la masa de solución entregada durante un tiempo de 20 segundos. Para cada titulación se colocan 50 mL de la solución a valorar en un vaso de 100 mL provisto de una pastilla magnética. Se coloca el vaso en el agitador, se introducen los electrodos y se activa el agitador mediante un botón virtual ubicado en la pantalla principal de la interfaz gráfica del software. Se opera el software para seleccionar el tiempo de funcionamiento de la bomba para cada adición de valorante (1 segundo por defecto), el tiempo de reacción entre dos adiciones sucesivas (10 segundos por defecto) y el número de adiciones que constituirán la titulación. Todos los tiempos se seleccionan con precisión de 1 milisegundo. Se activa el inicio del proceso y se obtienen un gráfico de la curva de titulación y un vector de datos de pH o potenciales, correspondientes a las adiciones de reactivo valorante realizadas.

2. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las Figuras 2 y 3 muestran la curva de titulación de 2,70 mg de biftalato de potasio con NaOH aproximadamente 0.1 M y su primera derivada. El punto de equivalencia se alcanza con un volumen de alrededor de 0,40 mL; lo que significa una apreciable economía de reactivos y consecuentemente una apreciable reducción en la generación de desechos. El valor exacto del volumen tampoco necesita ser conocido, ya que el sistema se puede calibrar respecto al número de adiciones

necesarias para alcanzar el punto de equivalencia, titulando una o mas porciones conocidas de un estándar primario. La Figura 4 muestra el volumen de valorante consumido en el punto de equivalencia, en función de la masa de biftalato titulada; puede apreciarse que la linealidad y precisión son adecuadas para el trabajo analítico cuantitativo, teniendo en cuenta las pequeñas cantidades de analito utilizadas. Cantidades de biftalato de potasio tan pequeñas como 0,2 mg de biftalato de potasio se han titulado con éxito en los laboratorios del IPEN empleando el presente sistema. El sistema descrito también se ha empleado con éxito para titulaciones potenciométricas de óxido - reducción, precipitación y formación de complejos, de pequeñas cantidades de analito, tal como puede apreciarse en las Figuras 5, 6 y 7. Las mínimas cantidades de analito determinadas en 50 mL de solución, detectando el punto de equivalencia mediante el método de la primera derivada, han sido de 0,25 mg Fe^{+2} ; 0,15 mg de Cl^{-1} y 0,020 mg de Cu^{+2} . Estas cantidades podrían reducirse disminuyendo el volumen de solución a titular. Esto requeriría miniaturizar los electrodos indicador y de referencia, así como disminuir el volumen de reactivo valorante adicionado en cada entrega.

El ruido que se observa en la figura 3 es una versión amplificada del ruido presente en la figura 2, debido al efecto de la operación matemática de derivación. Con cantidades muy pequeñas de analito este ruido puede dificultar la ubicación precisa del punto de equivalencia. La causa más probable del ruido observado son las pequeñas fluctuaciones aleatorias en las entregas de analito por parte de la bomba, debido por ejemplo, a los efectos de la inercia mecánica presentes cada vez que la bomba es activada o desactivada. Esta causa podría eliminarse empleando una bomba digital o una jeringa de precisión.

3. REFERENCIAS

- [1]. Hopkins, H. P.; Hamilton, D. D. Journal of Chemical Education 1994, 71, 965-966.
- [2]. Fox, J. N.; Shaner, R. A. Journal of Chemical Education 1990, 67, 163-164.
- [3]. Lynch, J. A.; Narramore, J. D. Journal of Chemical Education 1990, 67, 533-535.
- [4]. Hernlem, B. J. Journal of Chemical Education 1996, 73, 878-881.
- [5]. Headrick, K. L.; Davies, T. K.; Haegele, A. N. Journal of Chemical Education 2000, 77, 389-390.

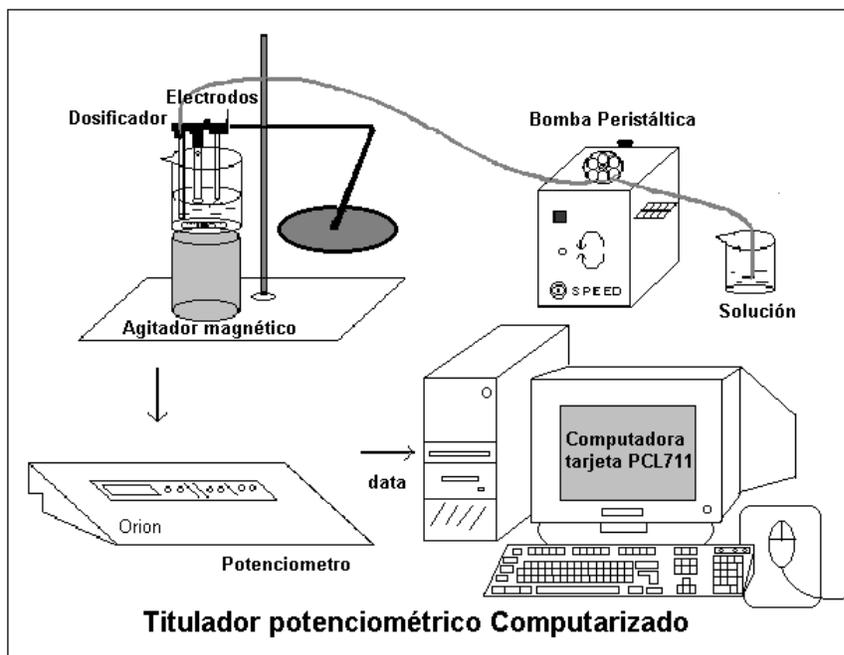


Figura 1. Esquema del sistema implementado.

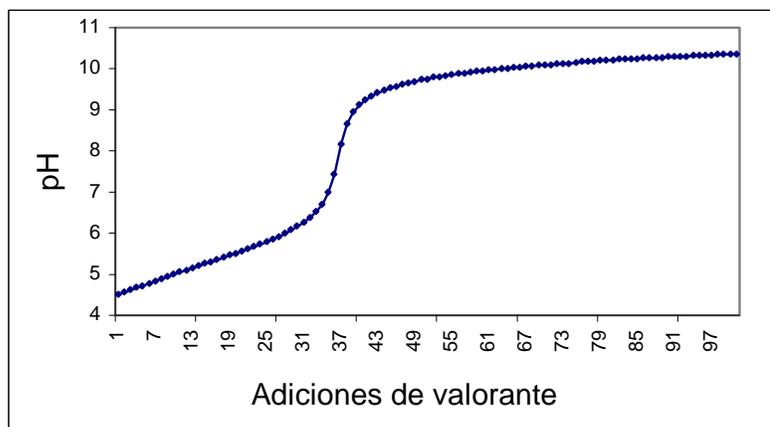


Figura 2. Curva de titulación potenciométrica de 2,70 mg de biftalato de potasio con NaOH 0,0938 M; obtenida con el sistema mostrado en la figura 1. El tiempo de funcionamiento de la bomba para cada adición fue de 1,000 segundos.

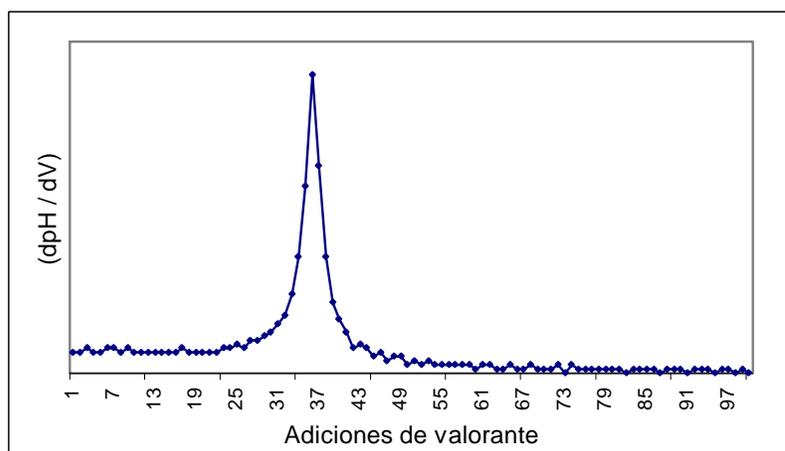


Figura 3. Primera derivada de la curva de titulación mostrada en la figura 2.

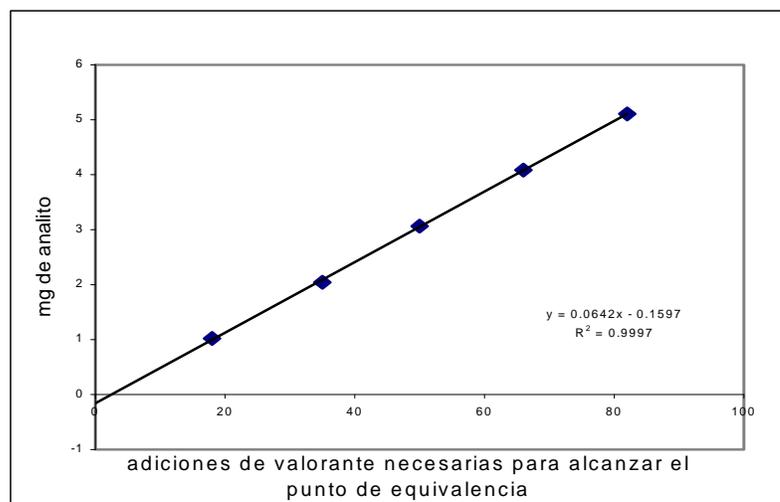


Figura 4. Número de adiciones de valorante necesarias para alcanzar el punto de equivalencia, en función de la masa (en mg) de biftalato de potasio tituladas.

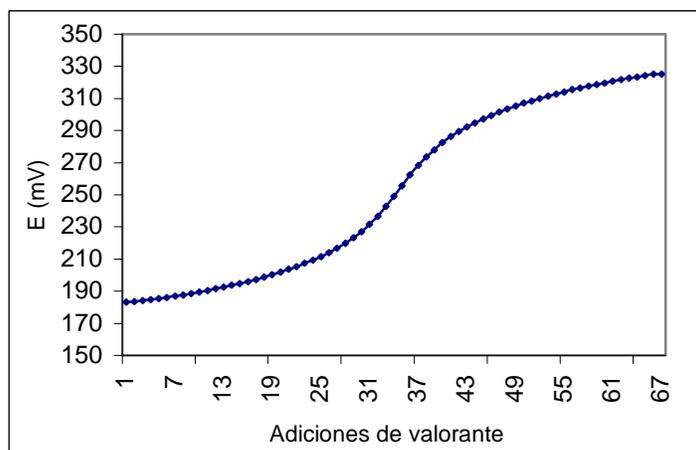


Figura 5. Curva de titulación potenciométrica de 1,46 mg de NaCl con solución de AgNO_3 obtenida con el sistema mostrado en la figura 1. El tiempo de funcionamiento de la bomba para cada adición fue de 1,000 segundos.

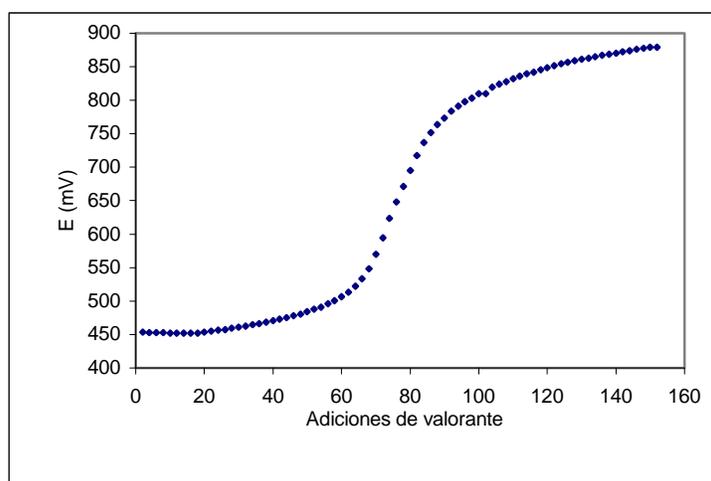


Figura 6. Curva de titulación potenciométrica de 3,6 mg de FeSO_4 con Ce(IV) 0,15M; obtenida con el titulador descrito en la figura 1. El tiempo de funcionamiento de la bomba para cada adición fue de 0,500 segundos.

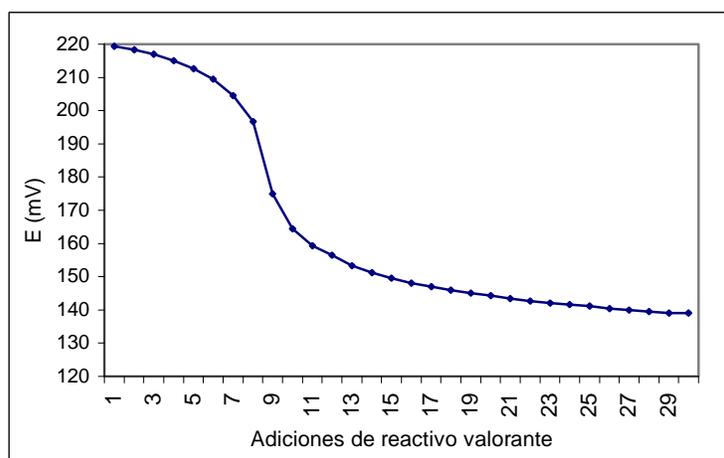


Figura 7. Curva de titulación potenciométrica de 80 microgramos de Cu^{+2} con EDTA 0,127 M; obtenida con el titulador descrito en la figura 1. El tiempo de funcionamiento de la bomba para cada adición fue de 0,250 segundos.