

# DIFICULTADES EN EL CÁLCULO ANALÍTICO EN VOLUMETRÍAS DE OXIDACIÓN-REDUCCIÓN

## DIFFICULTIES IN THE ANALYTICAL CALCULATION IN OXIDATION-REDUCTION TITRATION

Sergio Hernández H.<sup>1</sup>, Carolina Burboa V.<sup>1</sup>

### Resumen

En este trabajo se presentan dos casos analíticos de volumetrías de óxido reducción, donde los estudiantes de química analítica, tienen dificultad para cuantificar las muestras problemas, debido a que el analito y el titulante tienen una relación estequiométrica distinta (1:1). Los casos son: Determinación de carbono orgánico en suelo por dicromatometría y determinación de volúmenes del agua oxigenada por permanganometría.

Los aprendizajes de los estudiantes en estos temas se logran si los contenidos se refuerzan previo a los laboratorios correspondientes. Tales como ajustes de las ecuaciones de óxido- reducción involucradas en el análisis y los cálculos de mmoles, moles, gramos entre el oxidante y reductor a partir de la ecuación final y determinar de la cantidad del analito desde la alícuota de titulación hasta la cantidad presente en el volumen o masa de la muestra problema.

**Palabras claves:** Permanganometría, dicromatometría, ajuste de ecuaciones redox, cálculos estequiométricos, concentración del analito.

### Abstract

This paper presents two analytical cases of redox titration, where analytical chemistry students have difficulty quantifying the sample problems, because the analyte and the titrant have a different stoichiometric ratio from (1: 1). The cases are: Determination of organic carbon in soil by dicromatometry and determination of oxygenated water volumes by permanganometry.

The learning of students in these subjects, are achieved if the contents are reinforced prior to the corresponding laboratories. As adjustments of the redox equations involved in the analysis and mmoles calculations, moles, grams between the oxidant and reducer from the final equation and determining the amount of the analyte from the titration aliquot to the present quantity of the analyte in the upper volume or mass of the test sample.

**Keywords:** Permanganometry, dicromatometry, adjustment of redox equations, stoichiometric calculations, analyte concentration.

<sup>1</sup> Departamento de Química Ambiental, Facultad de Ciencias Universidad Católica de la Santísima Concepción  
E-mail: hernández@ucsc.cl, cburboa@qciencias.ucsc.cl

## 1. Introducción

En la actualidad el cálculo en las valoraciones de óxido reducción, está basado en el método del mol, por lo tanto es fundamental tener un dominio en el ajuste de las ecuaciones y la estequiometría de las reacciones involucradas (Chang, 2017).

Anteriormente toda literatura de química analítica utilizaba la Normalidad tanto en la resolución de problemas como en el análisis volumétrico (Day, 1989; Hamilton, 1988; Silva, 2002; Ayres, 1981). En la actualidad la IUPAC eliminó la Normalidad y así evitar la dualidad entre el equivalente y mol (IUPAC 2009), por lo tanto la literatura actual, utiliza la concentración expresada molL<sup>-1</sup> en las disoluciones utilizadas en las distintas volumetrías analíticas.

Respecto a las volumetrías de óxido reducción el permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>) y el dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) son dos oxidantes muy comunes y el número de electrones involucrados es alto, por lo tanto se obtiene una proporción alta de moles en la ecuación final, y los cálculos son más difíciles para los estudiantes (Skoog, 2005; Christian, 2009; Bermejo, 1981; Harris, 2007). En este trabajo se presentan dos análisis químicos realizados por estudiantes del curso de química analítica cuantitativa: Carbono Orgánico por Dicromatometría y Volúmenes del Agua Oxigenada por Permanganatometría. Los estudiantes encontraron dificultades para cuantificar la concentración de los analitos en las muestras problemas.

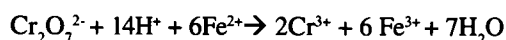
## Metodología

### 1. Determinación de carbono orgánico en suelo por dicromatometría

0,5 g de suelo se trataron ácido sulfúrico, se agregó H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, NaF y difenilamina como indicador, luego se agregaron 20 mL de disolución de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 0,054 molL<sup>-1</sup>. El exceso gasta 10 mL de disolución de Fe<sup>2+</sup> 0,163 molL<sup>-1</sup>

Determinar el % de Carbono en el suelo.

Ecuación de la reacción analítica entre el exceso de Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> y Fe<sup>2+</sup>:



Cálculos que presentaron dificultad en los estudiantes:

$$0,010 \text{ L Fe}^{2+} \times 0,163 \text{ molL}^{-1} = 1,63 \times 10^{-3} \text{ mol} = 1,63 \text{ mmol Fe}^{2+}$$

Razón estequiométrica entre Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> y Fe<sup>2+</sup>(1:6):

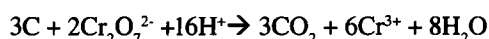
$$1,63 \text{ mmol Fe}^{2+} \times \frac{1}{6} = 0,272 \text{ mol Cr}_2\text{O}_7^{2-}$$

$$\text{moles totales de Cr}_2\text{O}_7^{2-} = 0,020 \text{ L} \times 0,054 \text{ molL}^{-1} = 1,08 \times 10^{-3} \text{ moles} = 1,08 \text{ mmol}$$

mmol de Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> ocupados para carbono = mmol totales de Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> - mmol ocupados de Fe<sup>2+</sup>.

$$\text{mmol Cr}_2\text{O}_7^{2-} \text{ para carbono} = 1,08 \text{ mmol total} - 0,272 \text{ mmol para Fe}^{2+} = 0,808 \text{ mmol Cr}_2\text{O}_7^{2-}$$

Ecuación de la reacción analítica entre el analito (C) y Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>:



Razón estequiométrica entre C y Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>=(3:2):

$$0,808 \text{ mmol Cr}_2\text{O}_7^{2-} \times \frac{3}{2} = 1,212 \text{ mmol C}$$

$$1,212 \text{ mmol C} = 1,212 \times 10^{-3} \text{ mol}; 1,212 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 12 \text{ g/mol} = 0,0145 \text{ g de C}$$

$$\% \text{C} = \frac{0,0145 \text{ g}}{0,5 \text{ g muestra}} \times 100 = 2,9\%$$

2,9 % de carbono en el suelo

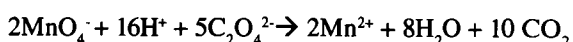
### 2. Determinación de volúmenes de agua oxigenada comercial

#### 2.1. Estandarización previa de la solución de KMnO<sub>4</sub>

0,469 g de Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> en medio ácido sulfúrico en caliente, se titularon con solución de KMnO<sub>4</sub> y se gastan 25 mL.

$$\frac{0,469 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{134 \text{ g} \times \text{mol}^{-1}} = 3,5 \times 10^{-3} \text{ mol} = 3,5 \text{ mmol C}_2\text{O}_4^{2-}$$

Ecuación de la reacción analítica de la estandarización de la solución de KMnO<sub>4</sub>:



Relación estequiométrica entre MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> y C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>=(2:5)

Cálculos que presentaron dificultad a los estudiantes:

$$3,5 \text{ mmol Cr}_2\text{O}_4^{2-} \times \frac{2}{5} = 1,4 \text{ mmol MnO}_4^-$$

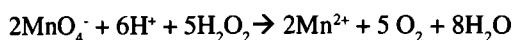
$$\text{Concentración de KMnO}_4 \text{ mol L}^{-1} = \frac{1,4 \times 10^{-3} \text{ mol}}{0,025 \text{ L}} = 0,056 \text{ mol} \times \text{L}^{-1}$$

## 2.2. Determinación de volúmenes de agua oxigenada

10 ml de agua oxigenada comercial se diluyen a 100 mL, se mide una alícuota de 20 mL y se agregan 20 ml de  $H_2SO_4$  (1:10). El gasto es de 24,5 mL de disolución de  $KMnO_4$   $0,056 \text{ molL}^{-1}$

$$\text{mol de } KMnO_4 = 0,025L \times 0,056 \text{ molL}^{-1} = 1,4 \times 10^{-3} \text{ mol} \\ = 1,40 \text{ mmol } KMnO_4$$

Ecuación de la reacción analítica entre el analito ( $H_2O_2$ ) y  $MnO_4^-$ :



Relación estequiométrica entre  $MnO_4^-$  y  $H_2O_2$  = (2: 5)

Cálculos que presentaron dificultad en los estudiantes:

$$1,40 \text{ mmol } MnO_4^- \times \frac{5}{2} = 3,5 \text{ mmol } H_2O_2$$

$$3,5 \text{ mmol} = 3,5 \times 10^{-3} \text{ mol } H_2O_2; 3,5 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 34 \text{ g mol}^{-1} \\ = 0,119 \text{ g } H_2O_2$$

$$0,119 \text{ g } H_2O_2 \times \frac{100}{20} = 0,595 \text{ g } H_2O_2 \text{ en alícuota de 10 mL}$$

$$\text{de } H_2O_2 \text{ comercial } \%H_2O_2 = \frac{0,595 \text{ g} \times 100}{10} = 5,95\%$$

30 %  $H_2O_2$  equivale a 100 vol (Laboratorios)

6 %  $H_2O_2$  equivale a 20 vol (Farmacias)

3 %  $H_2O_2$  equivale a 10 vol (Farmacias)

En este caso la muestra problema de agua oxigenada entregada a los estudiantes fue de 20 volúmenes.

Si los estudiantes no conocen las equivalencias entre porcentaje y volúmenes, pueden usar la ecuación de descomposición del agua oxigenada ( $2H_2O_2 \rightarrow O_2 + 2H_2O$ ), luego determinar los moles de  $O_2$  a partir de los moles ya calculados de agua oxigenada y calcular el volumen de  $O_2$  utilizando la ecuación de estado en condiciones normales. Comparar el volumen de la alícuota original de la muestra comercial de agua oxigenada con el volumen de  $O_2$  liberado en mL. Alícuota original 10 mL  $H_2O_2$ : volumen de  $O_2$  200 mL, el volumen de  $O_2$  es 20 veces mayor que la alícuota original de agua oxigenada comercial utilizada. Por lo tanto el agua oxigenada de la muestra problema es de 20 volúmenes.

## Discusión

Los estudiantes presentaron dificultades para realizar los cálculos matemáticos y analíticos para determinar la cantidad de los analitos en las dos determinaciones.

Las dificultades principales fueron no considerar la estequiometría de las reacciones de óxido reducción involucradas y llegar desde la cantidad del analito en la alícuota de titulación hasta la muestra original ya sea masa o volumen de la muestra.

Las mayores dificultades de cálculo se presentaron en la determinación de volúmenes de agua oxigenada por permanganometría, debido a que la expresión de la concentración del agua oxigenada comercial está expresada en volúmenes.

## Conclusión

Los estudiantes deben ajustar ecuaciones de óxido-reducción por el método ión electrón en medio ácido, cuyo medio es el más utilizado en análisis químico. Posteriormente realizar cálculos estequiométricos en ecuaciones de óxido reducción con proporción de coeficientes distintos (1:1). También es de fundamental importancia determinar los mmoles, moles y gramos del analito en la alícuota de titulación hasta la cantidad presente en el volumen o masa original de la muestra problema.

Se concluye en este trabajo que los aprendizajes analíticos se logran, si los estudiantes tienen previamente bien reforzados los contenidos y cálculos analíticos antes de realizar los prácticos correspondientes.

## Bibliografía

- Ayres. G. (2001). *Análisis Químico Cuantitativo*. México, Editorial Oxford, p. 417-417.
- Bermejo. F; A. Bermejo (1981). *Cálculos Numéricos en la Química Analítica*. España Asociación Nacional de Químicos Españoles, p.261-272..
- Chang.R; K. Goldsby (2017). *Química*. México Editorial Mc Graw Hill.,p.155-169..
- Christian.G. Química (2009). *Analítica*. México Editorial Mac Graw Hill, p.429-444..
- Day.R.A; A.L.Underwood (1989)..*Química Analítica Cuantitativa*. México Editorial Prentice Hall, p. 347-378..
- Hamilton .L; S.Simpson;D.Ellis (1988). *Cálculos en Química Analítica*. México ,Editorial Mc Graw Hill., p.190-212..
- Harris.D.(2007).*Análisis Químico Cuantitativo*. España, Editorial Reverté S.A.,p.347-371..
- IUPAC (1993). *Quantities, Units and Symbols in Physical Chemistry*. Blackwell Scientific Publications.

Silva.M;J.Barbosa.(2002). Equilibrios Iónicos y sus Aplicaciones Analíticas.España Editorial Síntesis., p.382-398..

Skoog.D;D.West;F.J.Holler, S.Crouch.2005.Fundamentos de Química Analítica. España ,Editorial Thomson., p. 569-584.