

MICROBURETA A MICROESCALA TOTAL PARA TITULOMETRÍA

Alejandro Baeza*

Resumen

En este trabajo se describen dos microburetas construidas totalmente en nuestro laboratorio (soporte, agitador magnético y microbureta de 1 o 2 mL, todo integrado) con materiales de bajo costo y de gran utilidad en titulometría ácido-base con indicador visual. Para la normalización de HCl 0.01 mol/L con solución de NaOH previamente estandarizada con biftalato de potasio, se obtuvo un v de equivalencia promedio de 0.5600 mL con una desviación estándar de 0.0580 y un coeficiente de variación de 1.03%. Se comparan los resultados obtenidos con buretas de 25 y 10 mL.

Abstract

Two "home-made" microburets built with low cost materials are presented including integrated magnetic stirrer and support to show their use in titrimetric analysis with visual indication. Normalization of HCl 0.01 mol/L with previous normalized NaOH titrant solution yields an average end point volume of 0.5600 mL with a standard deviation of 0.05800 (1.03% relative std. dev.). Results obtained with 25 and 10 mL burets are compared with 1 and 2 mL "home-made" microburets.

Key words: Total-microscale, titration, relative standard deviation.

Introducción

La química a microescala ha demostrado su gran utilidad en la práctica experimental

docente sobre todo en Química General y Química Sintética tanto orgánica como inorgánica (Pike, 1999). Sin embargo en la enseñanza experimental de la Química Analítica la química a microescala no se ha desarrollado al mismo ritmo ya que la instrumentación para el trabajo analítico con cantidades de muestras pequeñas (miligramos y microlitros) y adecuada exactitud y precisión tiene altos costos de adquisición y mantenimiento (Mainero, 1997) por lo que su uso se restringe al campo profesional o a la investigación formal (Villar, 2001).

Una de las metodologías analíticas más abordada en la enseñanza experimental a microescala ha sido la titulación ácido-base con indicador visual (Silberman, 2000) ya que se puede ilustrar el proceso de neutralización adicionando gotas controladas de titulante y realizando determinaciones semicuantitativas. La adición de titulante puede ejecutarse con pipetas graduadas de 5 o 2 mL dosificando los volúmenes agregados con una jeringa. Se ha reportado que la precisión en la determinación del volumen de viraje de punto final en una titulación ácido-base con microbureta si bien no alcanza la precisión de las buretas grandes, las desviaciones estándar relativas obtenidas son comparables y aceptables para la enseñanza experimental de la titulometría (González, 1997).

En todos los casos anteriores los autores recurren a materiales comerciales y a aditamentos utilizados en la práctica a macroescala convencional: soportes, pinzas, agitadores magnéticos lo cual encarece y vuelve

(*) Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México / C.U: México D.F. C.P. 04510 / baeza@servidor.unam.mx / México

ineficiente la operación analítica de microtitulación.

En este trabajo se muestran los resultados obtenidos en la titulometría ácido-base con indicador visual con buretas de 1 y 2 mL construidas con jeringa de insulina y pipetas serológicas 1/100 acopladas a una llave de 3 pasos e integradas a un soporte y microagitador magnéticos contruidos en el laboratorio con materiales de bajo costo.

Metodología

En la figura 1 se muestran las estructuras básicas de las microburetas construidas con tubo de plástico acrílico de fácil adquisición y pegamento para plástico. Las piezas de acrílico pueden cortarse en el laboratorio o solicitarlo al proveedor. La bureta consiste de una pipeta serológica de 2 mL graduada en 0.05 mL en un caso o de una jeringa de insulina de plástico graduada en unidades de insulina (100 unidades = 1000 μ L) con mínima graduación de 0.02 mL. En ambos casos la salida de la microbureta se

conecta a una llave de venoclisis de tres pasos de uso médico. La salida de la llave se conecta a un trozo de tubo de hule del equipo mismo de venoclisis o a la aguja de la jeringa de insulina previamente limada en su punta.

El microagitador magnético se fabrica con base a un ventilador de microprocesador de computadora, un imán, una resistencia de 130 Ω en serie con un micro-interruptor y a una fuente de 9V (pila comercial o eliminador de baterías conectado directamente a la mesa de laboratorio). Se utilizan matraces Erlenmeyer de 5 mL fabricados en el taller de vidrio local, jeringas de insulina para tomar las muestras de analito de 1 o 0.5 mL, microagitadores fabricados en el laboratorio con trozos de "clipper" metálico encapsulado en vidrio capilar y jeringas desechables de 5 mL para llenar la microbureta utilizando la tercer vía de la llave. Se utilizan disoluciones 0.1 mol/L de biftalato de potasio seco como patrón primario, 0.1 mol/L de NaOH, 0.01 mol/L de HCl y fenolftaleína al 0.1%. El agua destilada utilizada en nuestro laboratorio tiene una conductividad de 2 a 5 μ S/cm y exenta de CO₂.

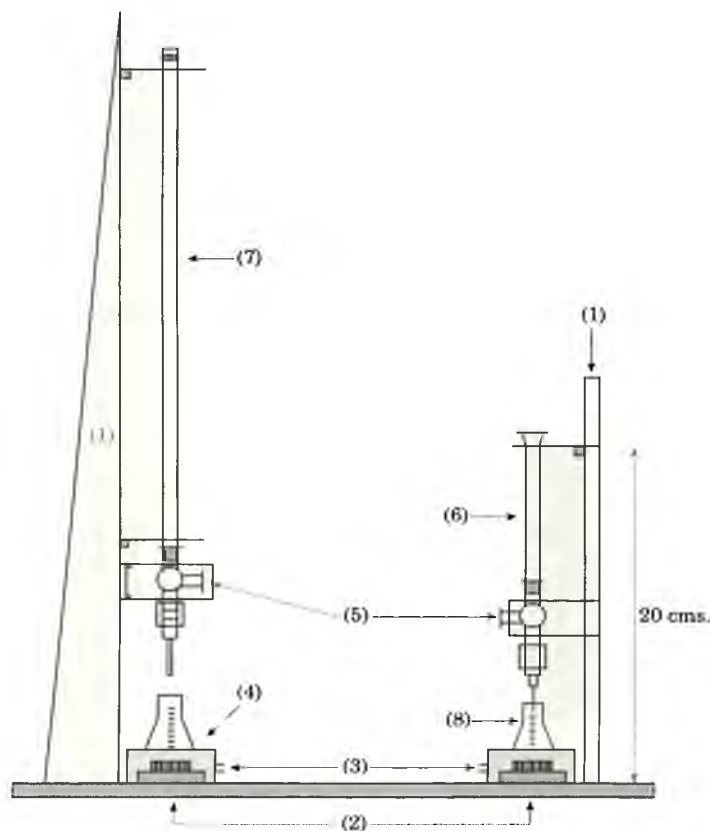


FIGURA 1

Esquemas de las microburetas construidas con materiales de bajo costo.

(1) soportes de acrílico; (2) ventiladores de microprocesador; (3) entrada para fuente de 9V; (4) imán; (5) llave de plástico de 3 vías; (6) jeringa de 1 mL; (7) pipeta serológica de 2 mL 1/100; (8) matraz Erlenmeyer de 5 mL con microbarra de agitación.

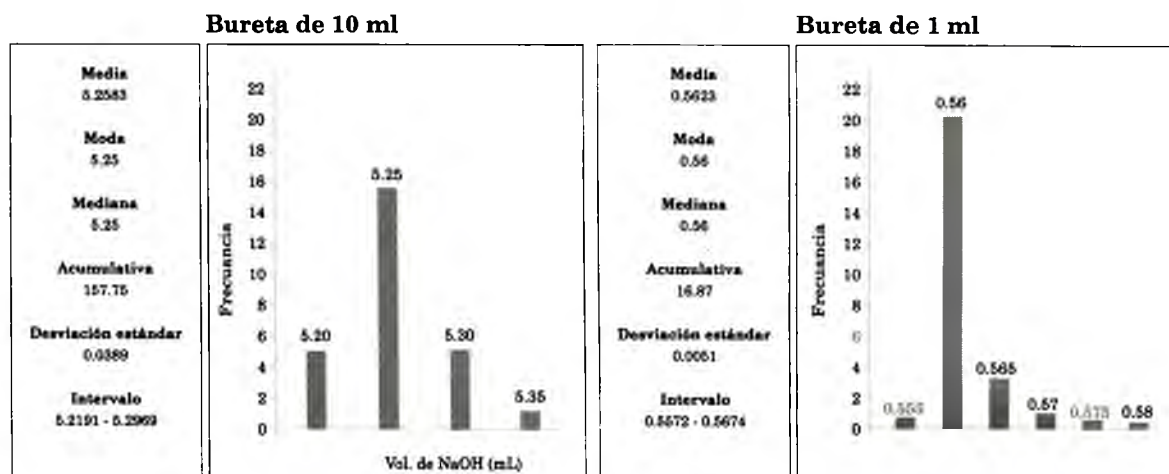
Resultados

En la tabla 1 se muestran los resultados típicos obtenidos por grupos de estudiantes independientes en la titulación de sendas alícuotas de 15, 5, 1 y 0.5 mL de HCl 0.01mol/L con NaOH normalizada con biftalato de potasio como patrón primario con las diferentes buretas ensayadas. La concentración exacta del NaOH utilizada fue de 0.0089 mol/L.

BURETA	(x)	(s)	PCV
25 mL			
Volumen (mL)	14.727	0.3858	2.62
Concentración (M)	0.0106	2.77×10^{-4}	
10 ml			
Volumen (mL)	5.897	0.1140	1.94
Concentración (M)	0.0105	2.04×10^{-4}	
2 ml			
Volumen (mL)	1.195	0.0259	2.16
Concentración (M)	0.0107	2.32×10^{-4}	
1 ml			
Volumen (mL)	0.561	0.0058	1.03
Concentración (M)	0.0100	1.04×10^{-4}	

x = media; s = desviación estándar; PCV = Porcentaje de Coeficiente de Variación

Se propone una hipótesis nula en el sentido de que la bureta de 10 mL es mas precisa que la microbureta de 1 mL, ya que se encontró que la microbureta construida con la jeringa de insulina presentaba mayor precisión para ello se efectuó un estudio para comparar las desviaciones estándar de una bureta comercial de 10 mL y la microbureta propuesta de 1 mL. Los resultados se muestran a continuación:



Curva de frecuencia de los volúmenes a la equivalencia.

Curva de frecuencia de los volúmenes de NaOH a la equivalencia.

El valor de $F = S_1^2 / S_2^2 = 58.2$ es mayor al valor de $F = 2.095$ para un $\alpha_{0.025}$ por lo que la hipótesis nula se rechaza aceptándose que la microbureta de 1 mL es más precisa (Miller, 1993).

Conclusiones

Las microburetas propuestas permiten realizar análisis titulométrico con una precisión aceptable. Estas pueden construirse con otros materiales de acuerdo a la disponibilidad local (madera, metal, etc.). El costo promedio de la microbureta de 1 mL, microagitador, matraz Erlenmeyer de 5 mL y microbarra de agitación propuestos es aproximadamente menor a 15 USD.

Se han ensayado titulaciones con iguales resultados tanto redox con yodo-yodurado, dicromato de potasio, permanganato de potasio así como valoraciones argentométricas con indicador de cromato de potasio y microtitulaciones complejométricas con EDTA para Ca^{2+} y Mg^{2+} . Las microburetas propuestas han sido ensayadas con buenos resultados durante 3 años en los cursos de los primeros años de la enseñanza universitaria así como en cursos con profesores a nivel nacional. ■

Bibliografía

Gonzalez Muradás R., Montagut Bosque P., Sansón Ortega C.
Versatilidad en una valoración macro y microescala. *Anuario Latinoamericano de Educación Química*, **1**, p.193-199, 1997.

Mainero Rosa M.
¿Porqué microescala?. *Educación Química*, **8**, [3], p.166-167, 1997.

Miller J. C., Miller J. N.
Estadística para Química Analítica, Addison-Wesley Iberoamericana, E.U.A., 1993, p.47-49

Pike R. M., Szafran Z., Singh M: M., Mayo D. W. A. Major Revolution in the Chemistry Laboratory, *Educación Química*, **10**, [2], p.102-106, 1999.

Silberman R. G.
Using Small Scale Techniques to Assess Laboratory Learning. *Educación Química*, **11**, [2], p.252-255, 2000.

Villar M. C., Rodríguez M., Mirabal L.
Adaptación de métodos de análisis a microescala para bebidas alcohólicas, *Educación Química*, **12**, [2], p.113-115, 2001.

