

Potenciometría con volúmenes a nivel de microescala en educación

Sonia Rincón Arce, José de Jesús Pérez Saavedra¹

Abstract

Micropotentiometry in Education: The analytical micropotentiometry experimental technique is shown in this paper not only as a quantitation system, but also as an enthusiasm-breeding element for students to learn analytical chemistry in a different way through the questions they pose.

Resumen

En el presente artículo se presenta la modalidad experimental de micropotenciometría analítica como un sistema no sólo de cuantificación, sino también como un elemento motivador para la generación de preguntas por parte del estudiante y, por consiguiente, un motivo de interés para aprender química de una manera diferente.

Introducción

En la educación escolar, en el área de química que se imparte en el nivel licenciatura en nuestro país, se proporciona al estudiante una serie de respuestas a preguntas que no han sido formuladas, respuestas que por lo mismo no son de interés para el estudiante y, por tanto, no se aprenden. En el salón de clases, al estudiante se le entrega una serie de conceptos, que no es posible equilibrar con su contraparte física o práctica. Es en el laboratorio en donde el estudiante realiza una serie de actividades que le permiten la comprobación experimental, inmediata, de los conocimientos adquiridos, que en la mayoría de los casos, le permiten reafirmarlos. En este trabajo se presentan los resultados del uso de la modalidad de volúmenes a microescala con potenciometría (microescala química) que por ser una técnica experimental reciente (Pike, 1999; Penn, 1999; Berry, 2000; Espinosa, 2000) actúa como generadora de preguntas, que al ser formuladas por el mismo estudiante, son motivo de que busquen y aprendan las respuestas.

La potenciometría es una de las herramientas más potentes de la química analítica, porque si bien, como en toda metodología analítica, presenta ventajas y desventajas, las virtudes que tiene sobre otras técnicas son múltiples y muy

variadas, como por ejemplo: 1. Bajo costo de equipo (se pueden conseguir equipos de precios que varían de 100 a 3,500 dólares). 2. Los sensores que utiliza para las medidas (electrodos) tienen precios que varían de 100 a 900 dólares, pero uno mismo puede elaborar los electrodos, y diseñarlos de acuerdo con las necesidades de experimentación (Pérez, 1997; Pérez, 1998), o bien con cualidades especiales de acuerdo con el tipo de valoración titulométrica (Grubb, 1980; Hitchman, 1988; Kinoshita, 1986). 3. La versatilidad de la técnica para medir especies químicas es muy amplia, porque si bien es utilizado en la mayoría de los laboratorios exclusivamente para medir pH, con la llegada de los electrodos selectivos de iones y los biosensores, prácticamente no existe sustancia que no se pueda medir. 4. El montaje para potenciometría es muy sencillo y existen equipos inclusive para llevar a cabo trabajo de campo; es decir, los métodos potenciométricos no requieren de instalaciones especiales, e incluso pueden funcionar con pilas. 5. El manejo del potenciómetro es muy sencillo. 6. No se necesita una gran experiencia para la interpretación de los resultados de las valoraciones titulométricas con monitoreo potenciométrico. 7. Es una técnica analítica que se puede adaptar fácilmente para trabajar a microescala. 8. Es una técnica muy retributiva para educación experimental en química, ya que el estudiante desde el principio de la experimentación obtiene resultados visualizables.

Una de las grandes desventajas de la potenciometría es la utilización de volúmenes por valorar superiores a los 10 mL, que de acuerdo con la sustancia a examinar ocasiona una elevación en el costo de la cuantificación e incrementa los desperdicios de reactivos y desechos. Para evitar estas desventajas, en este mismo trabajo se presenta la opción de desarrollar la potenciometría con volúmenes a nivel microescala, que presenta las siguientes cualidades: 1. Reducción máxima de desperdicios químicos contaminantes. 2. Reducción del contacto del analista con materiales tóxicos. 3. Minimización de riesgos tales como fuego, explosiones, etcétera. 4. Reducción y mayor facilidad de almacenaje de reactivos químicos. 5. Reducción de costos operacionales en el laboratorio.

Objetivos

a) Utilizar la potenciometría con volúmenes a nivel a Microescala como una metodología de enseñanza experimental generadora de preguntas.

¹ Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM. Sección de Química Analítica.

Av. 1° de Mayo s/n, Cuautitlán Izcalli, Edo. de México. CP 54760.

Correo electrónico: sonnia1@starmedia.com

Recibido: 14 de junio de 2002; aceptado: 5 de marzo de 2003.

b) Demostrar que la valoración potenciométrica de nitrato de plata puede efectuarse a nivel microescala.

c) Hacer esta demostración mediante los resultados obtenidos a través del trabajo experimental realizado por un grupo de 12 alumnos de quinto semestre de las carreras de Ingeniería Química y Química de la Facultad de Estudios Superiores-Cuautitlán, UNAM.

Metodología

A cuatro equipos de trabajo, integrados cada uno por tres alumnos, se les asignó un equipo para potencimetría; al equipo "A" se le dotó de los electrodos convencionales (electrodo indicador de plata y electrodo de referencia de calomel ambos de marca Corning, con medidas de 15 cm de altura y 1 cm de diámetro) y a los tres equipos restantes "B", en sustitución de los electrodos convencionales, se les dotó de dos alambres de plata de 8 cm de largo de calibre 28, uno de ellos en solución de AgNO_3 0.1 M como electrodo de referencia (Harris, 1992) y el otro como electrodo indicador. En estas condiciones se llevó a cabo la valoración titulométrica con monitoreo potenciométrico de AgNO_3 aproximadamente 0.01 M, obtenida de la disolución de plata metálica con HNO_3 , con KCl 0.01 M (Titrisol[®] Merck Darmstad). El equipo "A" valoró con una bureta marca Kimax de 25 mL con divisiones de 0.1 mL, usando 10 mL de la solución problema (proveniente de la disolución de plata metálica cuya pureza se desconocía); los equipos "B" valoraron con buretas marca Kimax de 5 mL con divisiones

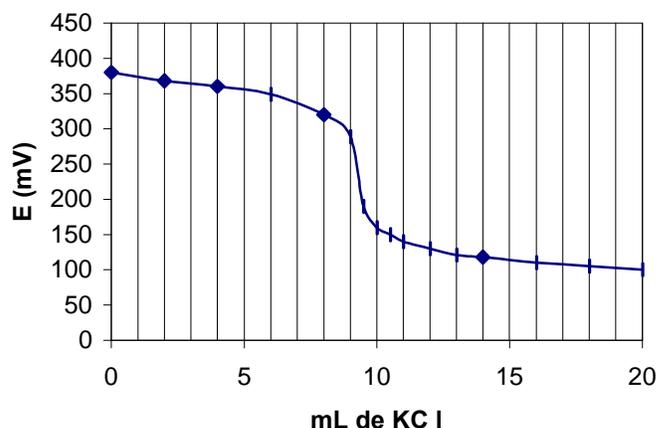


Figura 2. Curva de titulación potenciométrica promedio de 10 mL de AgNO_3 aproximadamente 0.01 M en función del volumen de KCl 0.01 M.

de 0.01 mL, usando 2 mL de la misma solución, ambos por triplicado (figura 1).

Resultados

En la figura 2 se muestra la curva de titulación potenciométrica promedio de las tres valoraciones efectuadas por el equipo "A"; en la figura 3 se muestra la primera derivada del volumen agregado correspondiente.

En la figura 4 se muestra la curva de valoración promedio correspondiente a las tres valoraciones efectuadas por uno de los equipos "B"; en la figura 5 se muestra la primera derivada del volumen agregado correspondiente.

En la tabla 1 se muestran los resultados comparativos de la valoración de AgNO_3 .

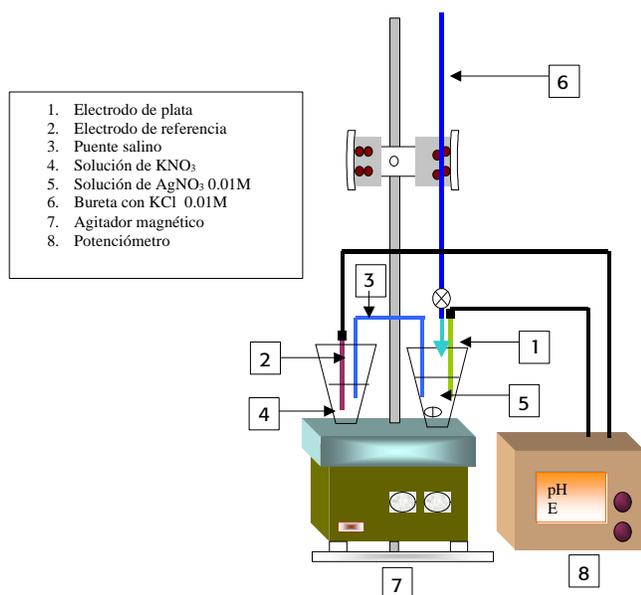


Figura 1. Sistema experimental.

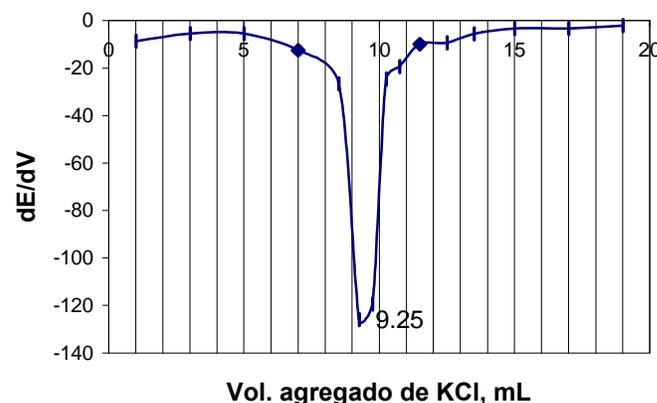


Figura 3. Gráfica de la primera derivada del volumen agregado de la valoración de 10 mL de AgNO_3 aproximadamente 0.01 M.

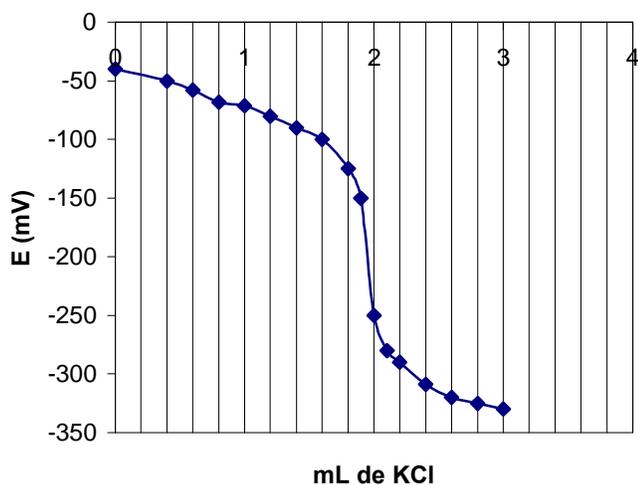


Figura 4. Curva de titulación potenciométrica promedio de 2 mL de AgNO_3 aproximadamente 0.01 M en función del volumen de KCl 0.01 M.

En la tabla 2 se muestran los datos comparativos de los recursos necesarios para macroanálisis y microanálisis considerando 840 estudiantes* por semestre lectivo.

Discusión y conclusiones

De acuerdo con los resultados mostrados en la tabla 1, que son los generados por los mismos estudiantes, prácticamente no existe diferencia estadísticamente significativa en cuanto a los resultados obtenidos de mg/mL de AgNO_3 en macroanálisis y microanálisis. Con estos resultados y los mostrados en las figuras 2 y 4 se observa que es equivalente efectuar la valoración de un volumen de 10 mL que de un volumen de 2 mL. El coeficiente de variación obtenido muestra que prácticamente no existe dispersión de datos con una y otra técnica (aunque, es de señalar que la mayor dispersión se da en el método microanalítico, debido probablemente a que en este método se debe tener mayor cuidado en los volúmenes agregados, particularmente en el punto de equivalencia, ya que pequeños errores se magnifican dado el pequeño volumen utilizado). Además, la cantidad recuperada del problema es prácticamente la misma (tabla 1), concluyéndose por lo tanto que es factible llevar a cabo las

* La tabla 2 se elaboró bajo las siguientes consideraciones:

En la Sección de Química Analítica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán de la UNAM damos servicio las carreras de Químico Farmacéutico Biólogo, Ingeniero Químico, Químico y Químico Industrial, con una capacidad para atender a 40 grupos de laboratorio con 21 estudiantes por grupo, dando un total de 840 estudiantes y 280 equipos de trabajo de tres estudiantes por equipo. En el grupo piloto el equipo "A" utilizaron 30 mL de AgNO_3 y 60 mL de KCl para las tres valoraciones. Uno de los equipos "B" utilizó 6 mL de AgNO_3 y 12 mL de KCl para las tres valoraciones.

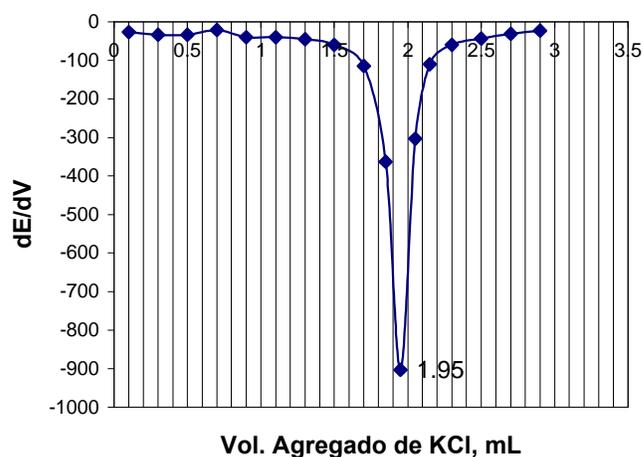


Figura 5. Gráfica de la primera derivada del volumen agregado en la valoración de 2 mL de AgNO_3 aproximadamente 0.01 M.

Tabla 1. Resultados comparativos de la valoración de AgNO_3

	Vol. de punto de equivalencia prom. (mL)	Concentración molar	mg/mL de AgNO_3
Macroanálisis	9.25 ± 0.0059	9.25×10^{-3}	1.566
Microanálisis	1.86 ± 0.014	9.30×10^{-3}	1.575

Tabla 2. Datos comparativos de los recursos totales necesarios para macroanálisis y microanálisis, considerando 280 equipos de trabajo con tres estudiantes por equipo.

	Macroanálisis	Microanálisis
1. Volumen (mL) de AgNO_3 utilizado por equipo.	30.0	6.0
2. Volumen total (L) de AgNO_3 utilizado.	8.4	1.6
3. Gramos por litro de AgNO_3 utilizado.	13.1	2.6
4. Gramos de AgNO_3 por volumen total utilizado.	110.5	4.4
5. Volumen (mL) de KCl utilizado por equipo.	60.0	12.0
6. Volumen total (L) de KCl utilizado.	16.8	3.3
7. Gramos por litro de KCl utilizado.	12.5	2.5
8. Gramos de KCl por volumen total utilizado.	210.5	8.4
9. Costo en dólares del AgNO_3 utilizado.	82.9	3.3
10. Costo en dólares del KCl utilizado.	7.55	0.30

valoraciones a nivel de microescala con el consiguiente ahorro de reactivos y la minimización consecuente de desechos. (Es de hacer notar que la diferencia de potenciales de las figuras 2 y 4 se debe a que para obtener la figura 2 se utiliza como electrodo de referencia el electrodo convencional de calomel, por lo que el potencial de equilibrio se define por la diferencia de potencial entre el electrodo convencional de plata y el par $\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg}^0$. Para obtener la Figura 4 se utiliza como electrodo de referencia un alambre de plata sumergido en nitrato de plata, por lo que el potencial de equilibrio se define por la diferencia de potencial entre el alambre de plata, que funge como electrodo indicador y por el par Ag^+/Ag^0). De las filas 9 y 10 de la tabla 2 se puede observar que los costos para la macrovaloración son 25 veces mayores que para la microvaloración. Además se pudo mostrar que es equivalente utilizar los electrodos convencionales que los alambres de plata, posibilitando con esto el disminuir aún más los volúmenes de valoración, minimizándose todavía más los gastos de reactivos y la generación de residuos. Los vasos utilizados para microvaloraciones fueron copas tequileras ya que su particular diseño y su bajo costo permiten valorar volúmenes muy pequeños, además de que en el fondo se forma una concavidad que obliga a la barra magnética a permanecer centrada, lo que permite una agitación regular. Terminado el experimento, dado que las copas tequileras no están elaboradas con material de vidrio para laboratorio, se verificó que no hubiese ningún tipo de cambio en las paredes de las copas que pudieran indicar algún tipo de adsorción de plata; esto también se hizo debido a que, aunque prácticamente se obtuvo la misma cantidad de mg/mL de AgNO_3 en ambas determinaciones, fue un poco superior la recuperada en el método microanalítico (0.009 mg/mL). Es importante señalar que el microescalamiento se efectuó en la parte química y no en la instrumentación.

En cuanto a la respuesta de los 12 estudiantes respecto

al trabajo efectuado, se realizó una encuesta al final del experimento (los reactivos se muestran en el anexo), donde los puntos más relevantes fueron: a) Se vieron motivados por sentir novedosa la metodología de trabajo; b) considerando que nunca habían trabajado a nivel microescala, piensan que es idóneo para optimar los recursos del laboratorio sin perder los objetivos de aprendizaje de la misma práctica. Concluyeron que la innovación de las metodologías en la educación es parte de la esencia misma de la Universidad. ■

Agradecimiento

Deseamos agradecer al M. en Q. Julio Cesar Botello Pozos por su apreciable contribución al presente trabajo.

Referencias

- Berry, D. E., ¿Microescala o reducción de escala? Perspectivas en Química Inorgánica, *Educación Química*, **11**, 256-260, 2000.
- Espinosa, E.T., y Castrellón, J.P., Minimización del impacto ecológico empleando microescala en los laboratorios de enseñanza química, *Educación Química*, **11**, 262-265, 2000.
- Grubb, W. T., y King, L. H., Palladium-palladium oxide pH electrodes, *Anal. Chem.*, **52**, 270-273, 1980.
- Harris, D. C., *Análisis Químico Cuantitativo*, Grupo Editorial Iberoamérica, México, 1992.
- Hitchman, M. L., y Ramanathan, S., Evaluation of iridium oxide electrodes formed by potential cycling as pH probes, *Analyst*, **1** [3]:35-39, 1988.
- Kinoshita, E. *et al.*, Polycrystalline and monocrystalline antimony, iridium and palladium as electrode material for pH-sensing electrodes, *Talanta*, **33**[2]:125-134, 1986.
- Penn, J. H., Microscale Chemistry in the USA, *Educación Química*, **10**, 107-113, 1999.
- Pérez, J., Márquez, S., y Gómez F., Película de óxidos sobre acero inoxidable 316 (POSAI-316) como electrodo indicador de pH en medio no acuoso, *Rev. Soc. Quím. Méx.*, **7**[41] 3-7, 1997.
- Pérez, J., y Rosales, G., Estudio potenciométrico del ácido fluorhídrico con electrodo POSAI-316", *Rev. Soc. Quím. Méx.*, **4**[42] 182-185, 1998.
- Pike, R. M., *et al.*, A major revolution in the Chemistry laboratory, *Educación Química*, **10**, 102-106, 1999.

ANEXO. Reactivos de la encuesta

Opinión y sugerencias sobre la experiencia experimental

1. ¿Qué opinas sobre la experiencia experimental que realizaste?
2. ¿Entendiste lo que pretendimos enseñarte?
3. ¿Qué te pareció el apoyo del equipo de cómputo?
4. ¿Encontraste diferencias con los métodos convencionales de experimentación?

5. Recién experimentaste una forma diferente de trabajar en el laboratorio. ¿Vale la pena intentar nuevas metodologías de enseñanza experimental?
6. ¿Cuáles son tus sugerencias?

Nombre _____
 No. de cuenta. _____
 Semestre _____
 Carrera. _____