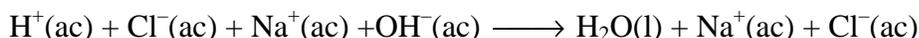


Titulación Ácido Base

La titulación es el procedimiento utilizado para determinar el volumen de una solución que es necesario para reaccionar con una cierta cantidad de otra sustancia. En este experimento, usted realizará la titulación de una disolución de ácido clorhídrico, HCl, con una disolución básica de hidróxido de sodio, NaOH. La concentración de la disolución de NaOH está dada y usted determinará la concentración desconocida del HCl. Los iones hidrógeno del HCl reaccionan con los iones hidróxido del NaOH en una razón uno a uno produciendo agua, donde la reacción completa es:



Cuando se titula una disolución de HCl con una disolución de NaOH, el pH de la disolución ácida es inicialmente bajo. A medida que se añade la base, el cambio en el pH es bastante gradual hasta las cercanías del punto de equivalencia, cuando cantidades equimolares de ácido y base se han mezclado. Cerca del punto de equivalencia, el pH aumenta con rapidez, como se muestra en la Figura 1. El cambio en el pH después se vuelve a hacer gradual, antes de alcanzar la nivelación con la adición de un exceso de base.

En este experimento, usará un computador para medir el pH a medida que hace la titulación. La región del cambio más rápido del pH se utilizará para determinar el punto de equivalencia. El volumen de NaOH (titulante usado) en el punto de equivalencia se empleará para determinar la molaridad del HCl.

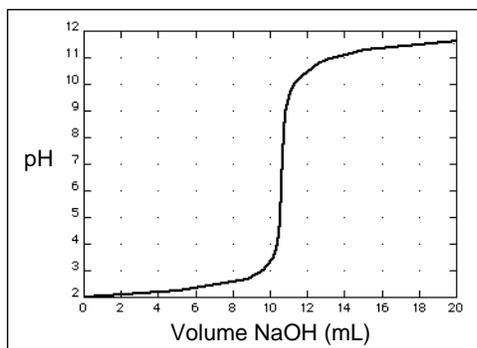


Figura 1

OBJETIVOS

En este experimento

- Usará un Sensor de pH para monitorear los cambios del pH a medida que se añade la disolución de hidróxido de sodio a la disolución de ácido clorhídrico.
- Obtendrá un gráfico de pH vs. volumen de la disolución de hidróxido de sodio añadida.
- Usará el gráfico para determinar el punto de equivalencia de la titulación.
- Usará los resultados para calcular la concentración de la disolución de ácido clorhídrico.

MATERIALES

Materiales *tanto* para el Método 1 (bureta) *como* para el Método 2 (Contador de gotas)

computador
interfaz Vernier para computador

Logger *Pro*
Sensor de pH Vernier
Disolución de HCl, concentración desconocida
~0.1 M de disolución de NaOH
pipeta de bulbo o bomba

Agitador magnético (si hay)
Barra de agitación o Micro
agitador (si hay)
Frasco de lavado
Agua destilada
Soporte universal
1 abrazadera
Vaso de precipitado de 250 mL

Materiales requeridos *solo* para el Método 1 (bureta)

bureta de 50 mL
pipeta de 10 mL

Segunda abrazadera
Segundo vaso de precipitado de 250 mL

Materiales requeridos *solo* para el Método 2 (Contador de gotas)

Contador de gotas Vernier
Recipiente para reactivo de 60 mL
Pipeta de 5 mL o pipeta graduada de 10 mL

vaso de precipitado de 100 mL
Probeta de 10 mL

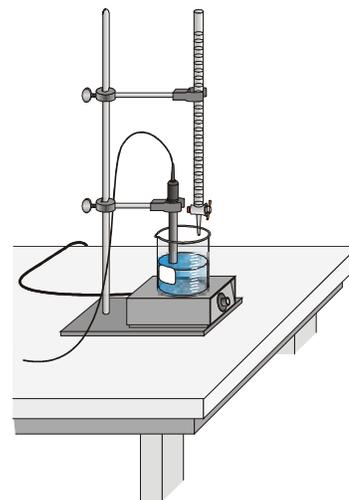
SELECCIONANDO UN MÉTODO

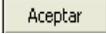
Método 1 el estudiante debe agregar volúmenes del titulante NaOH de una bureta. Luego de añadir el titulante y que el valor del pH se ha estabilizado, se le pide al estudiante que introduzca manualmente la lectura de la bureta y luego se almacena el par de datos pH-volumen.

Método 2 emplea un Contador de Gotas Vernier para tomar las lecturas de volumen. El titulante NaOH se agrega gota a gota desde el recipiente para reactivo a través de la ranura del Contador de Gotas. Después que la gota reacciona con el reactivo en el vaso, se calcula el volumen de la gota y se almacena el par de datos pH-volumen.

MÉTODO 1: Midiendo Volumen Usando una Bureta

1. Obtenga y use guantes.
2. Añada 50 mL de agua destilada al vaso de precipitado de 250 mL. Use una pipeta con bulbo (o pipeta bomba) para liberar 10.0 mL de la disolución de HCl sobre el agua destilada en el vaso de 250 mL.
ALERTA: *Manipule con cuidado el ácido clorhídrico. Puede causar quemaduras dolorosas si se pone en contacto con la piel.*
3. Coloque el vaso de precipitado sobre un agitador magnético y añada una barra de agitación. Si no hay agitador magnético, usted debe revolver con la barra de agitación durante la titulación.
4. Use una abrazadera para sujetar el Sensor de pH en el soporte universal como se muestra aquí. Coloque el Sensor de pH en la disolución de HCl y ajuste su posición de modo que no reciba golpes de la barra de agitación. Encienda el agitador magnético, y ajústelo a una velocidad de agitación media (de modo que no produzca salpicaduras).



5. Agregue unos 60 mL de de solución de ~ 0.1 M NaOH a un vaso de precipitado de 250 mL. Obtenga una bureta de 50 mL y enjuague su interior con unos pocos mL de la solución de ~ 0.1 M NaOH. Use una abrazadera para fijar la bureta al soporte universal como se muestra aquí. Llene la bureta hasta un poco por encima de su nivel 0.00 mL con la solución de ~ 0.1 M NaOH. Drene una pequeña cantidad de solución de NaOH al vaso de precipitado, de modo que se llene la punta de la bureta y deje la solución de NaOH en el nivel 0.00 mL de la bureta. Registre el valor de la concentración de la solución de NaOH en su tabla de datos. Deseche la solución sobrante de este paso según le instruya su profesor. **ATENCIÓN:** *La solución de hidróxido de sodio es cáustica. Evite salpicaduras sobre su piel o ropa.*
6. Conecte el Sensor de pH a la interfaz de computador. Prepare el computador para la toma de datos abriendo el archivo “24a Ácido Base Titulación” en la carpeta *Química con Computadores*. Vea si el valor del pH se encuentra entre 2 y 3.
7. Antes de añadir el titulante NaOH, haga clic en  y mida el pH durante 5-10 segundos. Una vez que la lectura del pH se estabilice, haga clic en . En la caja de edición escriba “0” (para 0 mL añadido). Presione la tecla ENTER o haga clic en  para almacenar el primer par de datos de este experimento.
8. Ahora usted está listo para comenzar la titulación. Este proceso va más rápido si una persona manipula y lee la bureta mientras que otra persona opera el computador e introduce los volúmenes.
 - a. Añada el próximo incremento del titulante NaOH (suficiente para que el pH se eleve 0.15 unidades). Cuando el pH se estabiliza, de Nuevo haga clic en . En la caja de edición escriba la lectura actual de la bureta, con precisión de 0.01 mL. Presione ENTER o haga clic en . Usted ahora ha almacenado el segundo par de datos del experimento.
 - b. Continúe añadiendo solución de NaOH incrementos que aumenten el pH unas 0.15 unidades e introduzca la lectura de la bureta después de cada incremento. Proceda de esta manera hasta que el pH sea de 3.5.
 - c. Cuando se alcance un valor del pH de aproximadamente 3.5, cambie a un incremento de una gota. Introduzca la nueva lectura de la bureta después de cada incremento. Nota: Es importante que todos los incrementos de volumen en esta parte de la titulación sean iguales; esto es incrementos de una gota.
 - d. Después que se ha alcanzado un valor de pH de aproximadamente 10, otra vez agregue grandes incrementos que eleven el pH en 0.15 pH unidades e introduzca el nivel de la bureta después de cada incremento.
 - e. Continúe añadiendo solución de NaOH hasta que el valor del pH permanezca constante.
9. Cuando haya terminado de recolectar datos, haga clic en . Deseche el contenido del vaso de precipitado según instrucciones de su profesor.
10. Imprima copias de la tabla y del gráfico.
11. Si el tiempo lo permite, repita el procedimiento.

MÉTODO 2: Midiendo el Volumen con un Contador de Gotas

1. Obtenga y use guantes.
2. Conecte el Sensor de pH al CH 1 de la interfaz para computador. Coloque el Contador de Gotas en el soporte universal y conecte su cable a la entrada DIG/SONIC 1.

Experimento 16

3. Agregue 40 mL de agua destilada a un vaso de precipitado de 100 mL. Use pipeta con bulbo (o pipeta para bombear) para pipetear 5.00 mL de la solución de HCl en el vaso de 100 mL con agua destilada. **ATENCIÓN:** *Manipule el ácido clorhídrico con cuidado. Puede causar quemaduras dolorosas si entra en contacto con la piel.*
4. Vierta unos 40 mL de solución de ~0.1 M NaOH en un vaso de precipitado de 250 mL. Registre el valor de la concentración de la solución de NaOH en su tabla de datos. **ATENCIÓN:** *La solución de hidróxido de sodio es cáustica. Evite salpicaduras en su piel o ropa.*
5. Obtenga el recipiente de plástico de 60 mL para reactivo. **Nota:** La válvula del fondo se usará para abrir o cerrar el recipiente, mientras que la válvula de arriba se usará para ajustar con precisión la rapidez de flujo. Por ahora, cierre ambas válvulas girando las manivelas a la posición horizontal.

Enjuague el interior del recipiente con unos pocos mL de la solución de ~0.1 M NaOH. Use una abrazadera para fijar el recipiente de reactivo al soporte universal. Añada el resto de la solución de NaOH al recipiente para reactivo.

Drene una pequeña cantidad de la solución de NaOH al vaso de precipitado de 250 mL para que se llene la punta del recipiente de reactivo. Para hacer esto, gire las dos manivelas del recipiente a la posición vertical por un momento, luego devuélvalas a la posición horizontal.

6. Prepare el computador para la recolección de datos abriendo el archivo “24b Ácido Base (Contador de Gotas)” en la carpeta *Química con Computadores*. Revise que el valor del pH esté entre 1.5 y 2.5.
7. Para calibrar las gotas de modo que se registre un volumen preciso de titulante en unidades de mililitros:
 - a. Del menú Experimento, seleccione Calibrar ► DIG 1: Contador de Gotas (mL).
 - b. Proceda según uno de estos dos métodos:
 - Si usted ha calibrado previamente el tamaño de la gota de su recipiente de reactivo y quiere continuar con el mismo tamaño de gota seleccione el botón Manual, introduzca el número de Gotas/mL, y haga clic en . Luego pase directamente al Paso 8.
 - Si quiere realizar una nueva calibración, seleccione el botón Automático y continúe con el Paso c de abajo.
 - c. Coloque una probeta de 10 mL directamente debajo de la ranura del Contador de Gotas, alineándola con la punta del recipiente de reactivo.
 - d. Abra la válvula del fondo en el recipiente de reactivo (vertical). Mantenga la válvula superior cerrada (horizontal).
 - e. Haga clic en el botón Inicio.
 - f. Abra despacio la válvula superior del recipiente de reactivo de modo que las gotas se desprendan a baja frecuencia (~1 gota cada dos segundos). Usted debe ver en la pantalla del computador que se están contando las gotas.
 - g. Cuando el volumen de la solución de NaOH en la probeta está entre 9 y 10 mL, cierre la válvula del fondo del recipiente de reactivo.
 - h. Introduzca el valor preciso de la solución de NaOH (precisión de 0.1 mL) en la caja de edición. Registre el número de Gotas/mL visualizado en la pantalla para un posible uso futuro.
 - i. Haga clic en . Deseche la solución de NaOH que queda en la probeta según las indicaciones de su instructor y coloque la probeta a un lado.

8. Montaje del aparato.
 - a. Coloque el agitador magnético en la base del soporte universal.
 - b. Inserte el Sensor de pH a través del hueco grande en el Contador de Gotas.
 - c. Fije el Microagitador en el extremo inferior del Sensor de pH, como se muestra en la figura pequeña. Rote la rueda de paletas del Microagitador y asegure que no toque el bulbo del Sensor de pH.
 - d. Ajuste las posiciones del Contador de Gotas y del recipiente de reactivo de modo que ambos estén alineados con el centro del agitador magnético.
 - e. Levante el Sensor de pH y deslice el vaso de precipitado que contiene la solución de HCl hacia el agitador magnético. Baje el Sensor de pH hacia el vaso.
 - f. Ajuste la posición del Contador de Gotas de modo que el Microagitador en el Sensor de pH esté justamente tocando el fondo del vaso de precipitado.
 - g. Ajuste el recipiente de reactivo de modo que su punta esté justo por encima de la ranura del Contador de Gotas.
9. Encienda el agitador magnético de modo que esté agitando con una rapidez alta.
10. Ahora usted está listo para adquirir datos. Haga clic en . No se tomará ningún dato hasta que la primera gota atraviese la ranura del Contador de Gotas. Abra completamente la válvula del fondo, la válvula superior debe aún estar ajustada para que se liberen gota con una rapidez de aproximadamente 1 gota cada 2 segundos. Cuando la primera gota pasa a través de la ranura del Contador de Gotas, revise la tabla de datos para comprobar que el primer par de datos se ha registrado.
11. Continúe observando su gráfico para ver cuándo se produce un incremento grande del pH, este será el punto de equivalencia de la reacción. Cuando ocurre este salto en el pH, deje que la titulación continúe por algunos mililitros más del titulante, luego haga clic en . Gire la válvula del fondo del recipiente de reactivo para cerrarla (horizontal).
12. Deseche el contenido del vaso de precipitado según le indique su profesor.
13. Imprima copias de la tabla.
14. Imprima copias del gráfico.
15. Si el tiempo lo permite, repita el procedimiento.



PROCESANDO LOS DATOS

1. Use su gráfico y tabla de datos para determinar el volumen de titulante NaOH usado en cada ensayo. Examine los datos para encontrar el mayor incremento en los valores del pH por la adición de 1 gota de la solución de NaOH. Encuentre y registre el volumen de NaOH justo *antes* de este salto.
2. Encuentre y registre el volumen del NaOH *antes* que se añadió la gota que produce el mayor incremento del pH.

Experimento 16

- Determine el volumen del NaOH añadido en el punto de equivalencia. Para hacer esto, sume los dos valores de NaOH determinados arriba y divida por dos.
- Calcule el número de moles de NaOH usado.
- Usando la ecuación para la reacción de neutralización que se consideró en la introducción, determine el número de moles de HCl usado.
- Calcule la concentración de HCl usando el volumen del HCl desconocido que usted pipeteó en cada titulación.
- Si usted hizo dos titulaciones, determine el promedio de [HCl] en mol/L.

TABLA DE DATOS

Concentración de NaOH	M	M
NaOH -- volumen añadido <i>antes</i> del incremento mayor del pH	mL	mL
NaOH -- volumen añadido <i>después</i> del incremento mayor del pH	mL	mL
Volumen de NaOH añadido en el punto de equivalencia	mL	mL
Moles de NaOH	mol	mol
Moles de HCl	mol	mol
Concentración de HCl	mol/L	mol/L
Promedio [HCl]		M

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA: Un Método Alternativo

Una forma alternativa de determinar con precisión el punto de equivalencia de la titulación es tomar la primera y la segunda derivada de los datos pH-volumen. El volumen en el punto de equivalencia se corresponde con el valor indicado por la *cumbre* (máximo) del gráfico de la primera derivada, y con el volumen donde la segunda derivada se iguala a *cero* en el gráfico de la segunda derivada.

1. En el Método 1, para ver el gráfico de la primera derivada ($\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$) haga clic en la etiqueta del eje vertical (pH) y seleccione Primera Derivada. Puede que necesite aplicar autoescala al nuevo gráfico, para ello haga clic en el botón Autoscala, .

En el Método 2, puede también ver el gráfico de la primera derivada ($\text{pH}/\Delta\text{vol}$) en la Página 2 del archivo de experimento haciendo clic en el botón Próxima Página, . En la Página 2 verá el gráfico de la primera derivada vs. volumen.

2. En el Método 1, puede ver el gráfico de la segunda derivada ($\Delta^2\text{pH}/\Delta\text{vol}^2$) haciendo clic en la etiqueta del eje vertical y seleccionando Segunda Derivada. En el Método 2, puede ver la segunda derivada en la Página 3 haciendo clic en el botón Próxima Página, .

