



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLAN**

**ELECTRODO DE PLATINO PARA VALORACIONES  
ACIDO – BASE**

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
**Q U Í M I C O**  
P R E S E N T A :  
**MARIO ALBERTO RUIZ ESCOTO**

ASESOR: M. EN C. JOSE DE JESÚS PEREZ SAAVEDRA  
COASESORA: Q. SONIA RINCÓN ARCE

CUAUTITLAN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO.

2008



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLÁN



DRA. SUEMI RODRIGUEZ ROMO  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN  
PRESENTE

ATN: L. A. ARACELI HERRERA HERNANDEZ  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos  
comunicar a usted que revisamos la Tesis:

Electrodo de Platino para Valoraciones Ácido-base

que presenta el pasante: Mario Alberto Ruiz Escoto  
con número de cuenta: 09402387-5 para obtener el título de:  
Químico

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en  
el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 5 de Junio de 2008

PRESIDENTE MC. José de Jesús Pérez Saavedra

VOCAL ME. Victoria Oralia Hernández Palacios

SECRETARIO Q. Sonia Rincón Arco

PRIMER SUPLENTE Q. Juana Cabrera Hernández

SEGUNDO SUPLENTE Q. Pablo Hernández Matamoros

*[Firmas manuscritas de los miembros del comité]*

# DEDICATORIAS

## *A Dios:*

*Se que a muchos que me conocen les extrañará el que haga una dedicatoria a Dios, pero le dedico esta tesis ya que mandó al mundo rodeado de una familia extraordinaria. Me ha demostrado en más de una ocasión su existencia, así que no puedo dejar de dedicarle este trabajo.*

## *A mis Padres: María Luisa Escoto García y Marcelino Ruiz Meza.*

*Con mucho cariño ya que siempre me han impulsado a conseguir mis metas, me han dado su comprensión y apoyo incondicional a cada uno de mis objetivos. Lo que hoy en día soy, ha sido gracias a su ejemplo de honestidad y ganas de salir adelante. Es una dicha tener una familia tan unida. Espero se sientan orgullosos de mi, tanto como yo de ustedes.*

## *A mis hermanos: Juan Manuel, Silvia, Norma, José, Miguel*

*Porque a pesar de la diferencia de edades tuve una infancia bastante grata, se que siempre cuento y contaré con ustedes. Me lo han demostrado a lo largo de mi vida, y no se diga en mi paso por la universidad cuando muchas veces pensé en dejar todo ya que las cosas no se daban como yo lo esperaba. Muchas gracias por confiar siempre en mí. No tienen una idea de cuanto los quiero.*

## *A mi otra hermana*

*Vanessa, hemos pasado buenos y malos momentos... sin embargo siempre estuviste en mis malos momentos para ayudarme a salir del bache en el que me encontraba. Realmente de no ser por las palabras duras pero acertadas no hubiera llegado esta fecha. Gracias por creer siempre en mí, incluso cuando yo no creía en mis cualidades. No por nada eres mi hermana adoptiva, muchas gracias.*

## *A ti Verónica*

*Llegaste a mi vida en el momento en que menos me lo esperaba y afortunadamente has cambiado para bien mi vida. Eres la persona que siempre busqué y espero sigamos juntos por mucho tiempo mas. Así como tú me impulsaste a terminar con esta fase de mi vida, yo haré lo mismo con tu especialidad. Te amo mi niña.*

*"Considero más valiente al que conquista sus deseos que al que conquista a sus enemigos, ya que la victoria más dura es la victoria sobre uno mismo."*

*Aristóteles*

## AGRADECIMIENTOS

*A nuestra máxima casa de estudios la Universidad Nacional Autónoma de México, siempre fue un anhelo pertenecer a esta gran institución y he tenido la dicha de pertenecer a ella desde el nivel bachillerato.*

*A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán Campo1 que me dio la oportunidad de estudiar mi licenciatura y conocer a tanta gente que ha sido crucial en muchos aspectos de mi vida.*

*A mis asesores José de Jesús Pérez Saavedra y Sonia Rincón Arce, por dejarme pertenecer a su grupo de investigación, por las facilidades y el apoyo que me ofrecieron sin más interés que el ayudarme a concluir con ese pequeño pero complicado trámite de titulación. Además, fuera del ámbito académico y gracias a sus recomendaciones y consejos he logrado conseguir varios logros a nivel profesional. Gracias.*

*A mis amigos de la FES:*

*Los Químicos: Saúl Galicia, Jaime Martínez, Eduardo Pascacio, Omar Buendía, Edgar Férman, Gualberto, Víctor Castillo, Gustavo Reyes, José Luis Claudio, Rubén Martínez, David, Mariela Valerio, Nancy Navarro, Belem Barajas, Claudia Bernal, Mary.;*

*Los IQ's: Vanessa Fernández, Abraham Bonilla, Jorge Rodríguez, Jorge Cedillo, Arturo Díez, Aarón Barrios, Sergio Jiménez (se que eres QFB pero andabas con nosotros), Gustavo, Sandra García, Alex Martínez, Iván Vázquez, Omar Reza, Yazmin Ahedo, Marlene PARRALES.*

*A todos ellos y a algunos que se me hubiera olvidado mencionar (no es intencional) les agradezco infinitamente el haberse topado conmigo en la escuela y brindarme su amistad y apoyo a lo largo de la carrera, sin ustedes mi estancia hubiera sido muy gris.*

*A mis amigos los foráneos:*

*Marisol, Carlos, Cindy, Cintia, Claudia, Monserrath, Martha, María de Jesús, Aída, Catalina, Xitlali y Zacnicté por que a pesar de la distancia, siempre me apoyaron y motivaron a cumplir con este momento. En especial a Claudia ya que de no ser por ella, no hubiera logrado todo lo que hoy tengo.*

*Todos han colaborado de manera activa a ser la persona que ahora soy, muchas gracias a todos los que me brindaron su amistad.*

## INDICE

	Págs.
Resumen .....	1
Objetivos .....	4
Capítulo 1. Antecedentes .....	5
1.1 Potenciometría .....	6
1.2 Electrodo(s) .....	6
1.2.1 Electrodo(s) de Referencia .....	6
1.2.2 Electrodo(s) Indicadores .....	8
1.2.3 Electrodo(s) de Vidrio .....	9
1.3 Óxidos y sus aplicaciones .....	11
1.3.1 POSAI .....	13
1.4 Valoraciones .....	15
1.4.1 Valoraciones .....	15
1.4.2 Punto de equivalencia.....	16
1.4.3 Detección del punto de equivalencia .....	16
1.4.4 Estándar primario .....	16
1.4.5 Estandarización .....	16
Capítulo 2. Parte Experimental .....	18
2.1 Elaboración del Electrodo Pt – POSAI .....	19
2.2 Comprobación de no respuesta al pH con electrodos de platino.....	20
2.3 Tratamiento a los electrodos de platino para la medición de pH.....	20
2.4 Verificación de respuesta al pH con electrodos de platino.....	20
2.5 Ampliación de escala en la respuesta al pH con electrodos de platino.....	20
2.6 Valoraciones ácido – base con electrodo de platino y electrodo de vidrio.	22
2.7 Valoraciones redox con electrodo comercial y electrodo alternativo.....	23
Capítulo 3. Resultados .....	24
Capítulo 4. Discusión de resultados y conclusiones .....	35
Bibliografía .....	38
Anexos .....	42

# ***ELECTRODO DE PLATINO PARA VALORACIONES ÁCIDO – BASE***

## **RESUMEN**

El presente trabajo desarrolla un estudio sobre el comportamiento de los electrodos de platino en las valoraciones ácido – base. La inquietud de observar dicho comportamiento se debe a que los electrodos de vidrio tienen una limitante, para su buen funcionamiento en los electrodos de uso común en el laboratorio (de \$ 800.00 a \$ 1,200.00) el intervalo donde se cumple la ley de Nernst, usualmente es de 2 a 12, depende de que se realicen mediciones en medio acuoso, además de las interferencias de diversos cationes presentes en la solución a la hora de realizar una valoración.

En la sección de química analítica de FES Cuautitlán UNAM, se han llevado a cabo investigaciones y trabajos de tesis, con el objetivo de sustituir al electrodo de vidrio por electrodos de estado sólido, que pueden ser más económicos y que se preparan fácilmente a nivel laboratorio. Las investigaciones han sido encaminadas hacia la elaboración de aceros tratados térmica o químicamente, los cuales son selectivos a iones hidrógeno, teniendo una respuesta de tipo lineal cuando se mide el potencial de una solución en función del pH de la misma.

De ahí que se haya planteado elaborar un electrodo de platino que pudiera ser utilizado en valoraciones ácido – base, teniendo como fundamento una incrustación del par hierro – óxido de hierro (III).

Los electrodos de platino que se emplearon fueron dos:

1. Electrodo comercial de Pt – referencia (platino como indicador y el sistema  $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$  como referencia)

2. Electrodo alternativo Pt – POSAI\* (platino como indicador y POSAI como referencia).

Además de los electrodos de platino, se utilizó un electrodo de vidrio para comparar los resultados obtenidos en las valoraciones de KOH con HCl. Todas las valoraciones se realizaron en paralelo.

Elaborar un electrodo alternativo de Pt – POSAI es económico, rápido y fácil <sup>[18]</sup>, en comparación con la inversión que se tiene que realizar para adquirir un electrodo comercial de platino. Además la respuesta entre estos dos electrodos es muy similar tanto para valoraciones de óxido – reducción, como en las valoraciones ácido – base.

Como primer paso de este trabajo de tesis se elaboró el electrodo alternativo Pt – POSAI, la referencia (POSAI) se elaboró con un alambre de acero inoxidable 316 que fue sumergido en un medio fuertemente oxidante <sup>[31]</sup>, este electrodo se sumergió en un tubo que contenía un buffer para mantener su potencial constante. Por otro lado el electrodo indicador fue un alambre de platino unido a un alambre de cobre que también fue introducido en un tubo. Ambos electrodos fueron conectados con un cable coaxial para ser empleado directamente en el potenciómetro.

Tanto en el electrodo comercial Pt – Referencia, como el electrodo alternativo Pt – POSAI, se verificó que no presentaran respuesta alguna al pH. Esto se realizó sumergiendo los electrodos conectados al potenciómetro midiendo milivolts (mV) en soluciones buffer de pH 4, 7 y 10.

El siguiente paso fue sumergir los electrodos de platino en un sistema óxido – reductor para incrustarles un sistema reductor y hacerlos sensibles a la lectura del pH para posteriormente verificar si existía alguna respuesta al ser sumergidos los buffer anteriormente mencionados. Al obtener un resultado positivo frente a los buffer pH 4, 7 y 10 se amplió la

---

\* Película de Oxido Sobre Acero Inoxidable 316

escala de pH para observar rango de trabajo dando una muy buena respuesta a casi toda la escala de pH.

Como se mencionó, se realizaron las valoraciones KOH de concentración 0.0477 M con HCl 0.1 M en paralelo y por quintuplicado sumergiendo en el mismo sistema tanto el electrodo de vidrio como el electrodo comercial de platino, obteniéndose el mismo volumen de punto de equivalencia para los dos electrodos. El mismo procedimiento fue realizado para el electrodo alternativo de platino también obteniéndose los mismos volúmenes de punto de equivalencia para estos dos electrodos.

Como sabemos, con los electrodos de platino podemos seguir las valoraciones de óxido – reducción, es por ésto que se realizó la valoración de 10 mL de  $\text{FeSO}_4$  0.05008 M con  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.10026 M, también en paralelo y por quintuplicado para comparar el comportamiento obteniéndose volúmenes de punto de equivalencia idénticos y gráficas que tienen el mismo comportamiento.

## OBJETIVOS

- Ø Dar el tratamiento químico correspondiente a un electrodo combinado de Platino – Referencia comercial, para usarlo como electrodo indicador para valoraciones ácido – base
- Ø Elaborar un electrodo combinado Platino – POSAI como electrodo indicador para valoraciones ácido – base
- Ø Comparar el funcionamiento del electrodo de vidrio con los electrodos de platino, tanto el elaborado como comercial
- Ø Comparar el funcionamiento del electrodo alternativo con el electrodo comercial frente a valoraciones de óxido – reducción.

# Capítulo 1.

## Antecedentes

## **POTENCIOMETRÍA**

Los métodos potenciométricos de análisis se basan en las medidas de potencial de celdas electroquímicas en ausencia de corrientes apreciables. Desde comienzo del siglo XX, las técnicas potenciométricas se han utilizado para la detección de puntos finales en los métodos volumétricos de análisis. De origen más reciente son los métodos en los que las concentraciones de los iones se obtienen directamente del potencial de un electrodo de membrana selectiva de iones. Tales electrodos están relativamente libres de interferencias y proporcionan un medio rápido y conveniente para estimaciones cuantitativas y de numerosos aniones y cationes importantes. El uso de estos electrodos para medir voltajes y suministrar así la información química se llama POTENCIOMETRÍA.

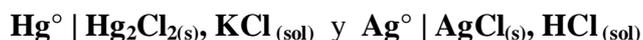
## **ELECTRODOS DE REFERENCIA**

En la mayor parte de las aplicaciones electroanalíticas, es deseable que el potencial de la semi – celda de uno de los electrodos sea conocido, constante y completamente insensible a la composición de la disolución en estudio. Un electrodo que se ajusta a esta descripción se llama electrodo de referencia. El electrodo de referencia ideal:

- a) Es reversible y obedece la ecuación de Nernst
- b) Presenta un potencial constante en el tiempo
- c) Retorna a su potencial original después de haber estado sometido a pequeñas corrientes
- d) Presenta poca histéresis con los ciclos de temperatura

Aunque ningún electrodo de referencia satisface completamente estos ideales, varios están asombrosamente cerca.

En la práctica, los electrodos de referencia que se usan con más frecuencia son el de calomel y el de plata / cloruro de plata. Estos se representan, respectivamente, mediante el siguiente simbolismo:



En la figura 1 se ilustra un electrodo de calomel. Las concentraciones de solución de KCl en el electrodo de calomel, varían en saturación de (0.1 M a 3.5 M) y los potenciales de los electrodos complementarios varían entre +0.3337 V y + 0.2415 V a 25° C. En la mayor parte de los casos, estos electrodos son usados con puentes salinos de KCl. El potencial del electrodo para esta semicelda está determinado por la reacción <sup>[33]</sup>:

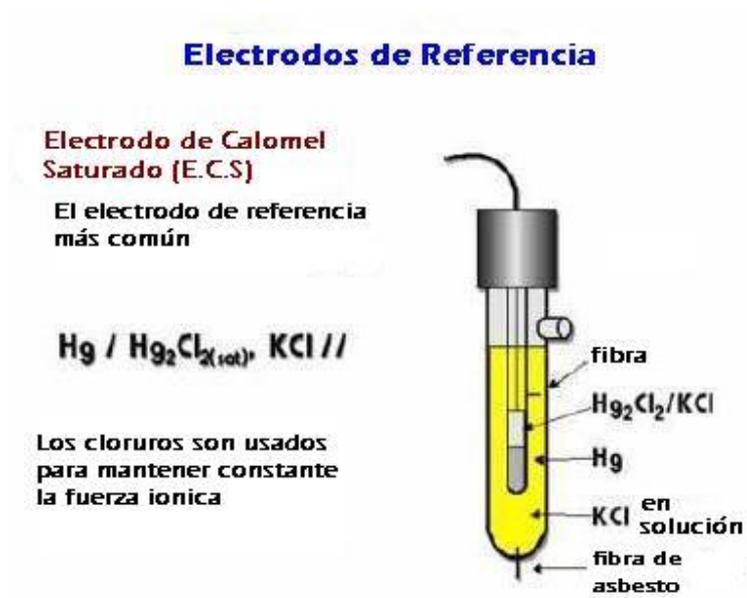


Figura 1. Electrodo de referencia de Calomel

El electrodo de plata / cloruro de plata es el electrodo de referencia más ampliamente comercializado y consiste en un electrodo de plata sumergido en una disolución de cloruro de potasio saturada con cloruro de plata. En la figura 2 se ilustra un electrodo de  $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ . El potencial del electrodo para esta semicelda está determinado por la reacción:



## Electrodos de Referencia



Figura 2. Electrodo de referencia de  $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$

## ELECTRODOS INDICADORES

Un electrodo indicador ideal responde de forma rápida y reproducible a los cambios de actividad del ión analito. Hay dos grandes tipos de electrodos indicadores: electrodos metálicos y electrodos de membrana.

Los electrodos metálicos generan un potencial eléctrico en respuesta a una reacción electroquímica que tiene lugar en la superficie metálica, dentro de esta clasificación se pueden distinguir cuatro tipos:

1. Electrodos de primera clase: Están en equilibrio directo con el catión que deriva del electrodo metálico. En este caso, interviene una única reacción. Por ejemplo, un electrodo indicador de cobre se puede utilizar para determinar iones cobre (II).
2. Electrodos de segunda clase: Estos electrodos nos ayudan a determinar la actividad de un anión con el que el catión del metal forma un precipitado o un ión complejo estable. Por ejemplo, el electrodo de plata sirve como un electrodo de segunda especie para aniones haluros.

3. Electrodo de tercera clase: En ciertas circunstancias un electrodo metálico puede responder a un catión diferente del catión del metal, cuando esto sucede se dice que el electrodo es un electrodo de tercera especie. Por ejemplo, un electrodo de mercurio se ha utilizado en la determinación del  $pCa^{2+}$  de disoluciones que contienen calcio.
4. Electrodo redox: Los electrodos construidos con platino, oro, paladio u otros metales inertes sirven frecuentemente como electrodos indicadores para sistemas de óxido – reducción. En estas aplicaciones, el electrodo inerte actúa como una fuente de electrones transferidos desde el sistema óxido – reductor presente en la disolución.

Los electrodos indicadores de membrana también son denominados electrodos selectivos de iones debido a la gran selectividad de la mayor parte de estos dispositivos. No se basan en reacciones redox como los electrodos metálicos, estos electrodos generan un potencial eléctrico por migración selectiva de un ión determinado a través de una membrana. Nos permiten hacer determinaciones rápidas y selectivas de numerosos cationes y aniones mediante medidas potenciométricas directas. También se refiere a ellos como electrodos de  $pIon$  debido a que su respuesta se registra generalmente como una función de  $p$ , tal como,  $pH$ ,  $pCa^{2+}$ ,  $pNO_3$ , etc.

### **ELECTRODO DE VIDRIO**

Los electrodos indicadores que responden directamente a la actividad iónica del hidrógeno, son importantes para la determinación de ácidos y bases, puesto que por definición el  $pH = -\log a_{H^+}$ , en donde  $a_{H^+}$  es la actividad de los iones hidrógeno en la solución, un electrodo sensible a los iones de hidrógeno dará una fem que está relacionada con el pH de la manera siguiente:

$$E = E^\circ - \frac{2.3026RT}{F} pH$$

Puede construirse un electrodo indicador versátil de pH para soluciones acuosas, encerrando un electrodo de referencia dentro de una membrana delgada de vidrio de composición apropiada que contiene además una solución ácida, lo que recibe el nombre de electrodo de vidrio. En general los tipos de vidrio que tienen una respuesta adecuada son higroscópicos y pertenecen a la variedad de vidrio suave. El elemento más importante en la respuesta de este tipo de electrodos es la membrana que parece actuar como un dispositivo de intercambio de iones. En la figura 3 se ilustra un electrodo de vidrio.

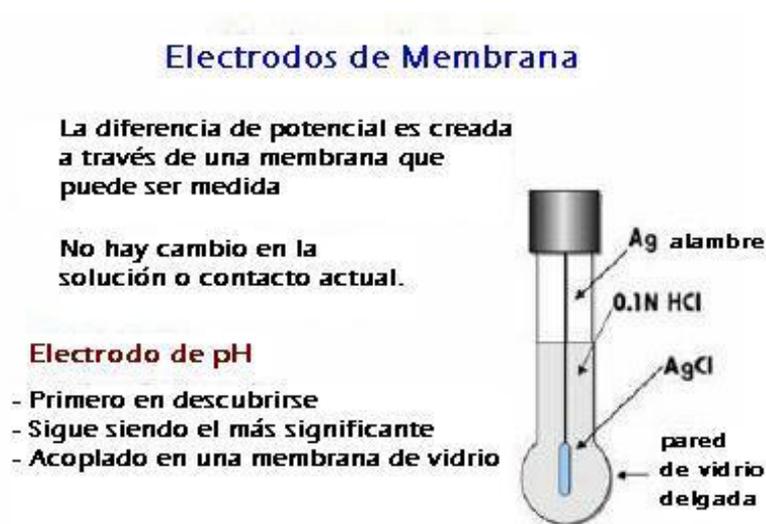


Figura 3. Electrodo de vidrio

Cuando el electrodo se sumerge en una solución, el vidrio absorbe agua hacia su red de silicato. Después de la hidratación de los iones del metal alcalino y algunos de los lugares iónicos de la red de silicato, puede registrarse un intercambio de iones en una escala limitada con la solución externa. Algunos de los iones de hidrógeno de la solución penetran en la capa de la superficie y se liberan iones de sodio. No participan otros cationes externos; excepto en concentraciones muy reducidas de iones  $H^+$ , los protones atraviesan la doble capa limítrofe de iones, con mayor facilidad que cualquier otro ión positivo. De esta manera, se desarrolla una diferencia de potencial que depende de la actividad de los iones hidrógeno en la interfase exterior vidrio – solución.

Es fácil que existan desviaciones de la respuesta ideal. Si existe una gran concentración de iones de un metal alcalino con un pH elevado, la actividad del agua es reducida, la temperatura de la solución es demasiado alta o si la exposición a la solución se prolonga indefinidamente, puede observarse una respuesta no ideal. La fuente principal de desviación del electrodo de vidrio es el error alcalino, este consiste en la detección de otros cationes en la solución, generalmente sodio. La presencia de estos cationes provoca que el electrodo de vidrio registre valores de pH menores a los reales. Dicho error se ve incrementado de manera directa con la concentración del catión interferente.

## **ÓXIDOS METÁLICOS Y SUS APLICACIONES**

La oxidación se puede definir como el resultado de la reacción de los metales con el oxígeno a temperaturas elevadas en ausencia de humedad. Muchos metales formarán una película de óxido en sus superficies cuando están en contacto con aire y/o agua, lo cual lleva a la formación de una película pasiva de óxido sobre la superficie metálica.

Los óxidos han sido empleados desde la antigüedad y en la actualidad tienen diversas aplicaciones, un ejemplo son los óxidos de hierro que han sido empleados como pigmentos desde la edad de las cavernas, fue usado para pintar sus cuerpos y decorar sus viviendas. Hoy en día es usado en muy distintas aplicaciones industriales<sup>[34]</sup>, por ejemplo:

- Ø Industria del cemento: Se usa para pigmentar cualquier tipo de cemento, mortero, lechada, pavimentos, terrazos, tejas, bloques, estucos, etc.
- Ø Pinturas: Impermeabilizantes, esmaltes, pintura de decoración, recubrimientos, etc.
- Ø Plásticos: Masterbatch \*, PVC, etc.
- Ø Industria del papel: Cartoncillo, boquilla para cigarrillos, etc.
- Ø Industria del vidrio, industria de la fundición, industria de la cerámica, abrasivos, comida para animales, cosmética, fertilización, pieles de caucho, asfalto, etc.

\* El masterbatch ó concentrado de color es una mezcla de pigmentos y/o aditivos con un polímero plástico. Cada partícula de pigmento es encapsulada con una capa finísima de resina plástica. Esto es lo que permite la fácil incorporación del color al producto terminado <http://www.dispercol.com.pe/mapa.html>

Las necesidades de consumo de energía de la sociedad actual llevan a un constante desarrollo de nuevas tecnologías y la búsqueda de nuevos materiales conforma un elemento fundamental en gran parte de estos desarrollos. Un caso particular es el desarrollo de materiales superconductores y materiales para celdas de combustible de óxido sólido (SOFC) que permiten procesos más eficientes en los sistemas de producción, transporte y utilización de energía <sup>[37]</sup>.

El caso que nos interesa es el de los óxidos empleados en electrodos o como electrodos. Los vidrios de óxido de litio ( $\text{Li}_2\text{O}$ ) son mucho menos sensibles a los iones de  $\text{Na}^+$  y en la actualidad tienen una aplicación muy generalizada en electrodos de vidrios para soluciones alcalinas. Hasta un pH de 11 ó 12, su respuesta es bastante precisa a  $\pm 0.01$  unidades de pH, dependiendo también de la precisión del potenciómetro utilizado <sup>[24]</sup>.

A valores de pH inferiores a 1 en donde la actividad del agua desciende bastante de la unidad, el electrodo de vidrio indica un pH superior al valor real. Puesto que este tipos de medio tienden a deshidratar el vidrio y alterar más aún la respuesta a los iones  $\text{H}^+$ . Las temperaturas elevadas, la exposición prolongada y las soluciones de pH elevado, producen un deterioro gradual en la superficie del electrodo y puede por tanto dar respuestas erróneas.

El electrodo de vidrio es el más ampliamente usado en las determinaciones tradicionales de pH, sin embargo, además de los errores ya mencionados, su resistencia mecánica, su elevado costo y su poca flexibilidad para realizar mediciones en tamaños y posiciones distintas a las convencionales, son desventajas considerables de este dispositivo <sup>[4, 26]</sup>.

Debido a estas desventajas, en los últimos 25 años se han desarrollado nuevos dispositivos electroquímicos para sustituir el electrodo de vidrio para realizar las mediciones de pH, estos dispositivos están basados en electrodos formados por un metal en contacto con su óxido, para ello el metal debe tener un comportamiento adecuado para resistir el ataque de

las soluciones usadas sobre un rango útil de pH, su óxido debe ser conductor eléctrico y capaz de alcanzar el equilibrio sin presentar una disolución apreciable<sup>[11]</sup>.

Hasta la fecha se han usado gran cantidad de metales con los mismos fines, entre ellos  $\text{TiO}_2$ <sup>[26, 30]</sup>,  $\text{RuO}_2$ <sup>[12, 26]</sup>,  $\text{SnO}_2$ <sup>[16, 26, 30]</sup>,  $\text{TaO}_2$ <sup>[16]</sup>,  $\text{OsO}_2$ <sup>[16]</sup>,  $\text{PdO}_2$ <sup>[26]</sup>,  $\text{PtO}_2$ <sup>[16]</sup>,  $\text{CoO}_2$ <sup>[26]</sup>,  $\text{IrO}_2$ <sup>[3,12,13,17,23,26]</sup>, etc., además del acero inoxidable 316<sup>[2,5,7,8,10,11,14,18,19,20,21,27]</sup>. El electrodo más exitosamente usado en las investigaciones realizadas hasta la fecha es el electrodo basado en óxido de iridio ( $\text{IrO}_2$ ), éste electrodo ha mostrado ser estable en soluciones acuosas hasta 200° C mientras que el electrodo de vidrio deja de ser útil cercano a 100° C. Los electrodos de  $\text{IrO}_2$  pueden ser preparados por oxidación electroquímica de un alambre de iridio, por dispersión de  $\text{O}_2$  en plasma reactivo, por descomposición térmica de  $\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  o por oxidación térmica de una película de Iridio/carbón<sup>[3,12]</sup>.

Este tipo de electrodos (clasificados dentro de electrodos de estado sólido) muestran una variación en la respuesta nernstiana la cual ha sido asociada con el grado de hidratación del óxido del metal, éste grado de hidratación depende de la forma en la que se formó el óxido<sup>[3]</sup>.

La desventaja principal de los electrodos antes mencionados, es que se forman con óxidos de metales nobles como el Iridio, Paladio o Platino los cuales son muy inestables, por ejemplo una película de  $\text{IrO}_2$  sobre un alambre de oro, aún después de haber sido reforzada por un tratamiento térmico a 100° C por una hora es extremadamente débil y puede removerse fácilmente por soluciones de acidez moderada<sup>[13]</sup>.

## **PELÍCULAS DE ÓXIDO SOBRE ACERO INOXIDABLE 316**

En 1988 Nomura y Ujihira<sup>[10]</sup> encontraron que como alternativa al electrodo de vidrio y a los electrodos de estado sólido basados en óxidos de metales nobles, se podía obtener una respuesta nernstiana a partir de películas de óxido sobre aceros inoxidables austeníticos, ya que sus óxidos son conductores y sumamente estables.

Los materiales usados para la elaboración de estos electrodos son el acero inoxidable 304 y el acero inoxidable 316, cuyas composiciones se muestran en la siguiente tabla.

Tipo de acero inoxidable	Composición (%)								
	Cr	Ni	Mo	C	Cu	Si	S	Mn	Fe
304	18.0 – 20.0	8.0 – 10.5	–	0.08	0.14	1.0	0.024	2.0	65.0 – 72.0
316	16.0 – 18.0	10.0 – 14.0	2.0 – 3.0	0.08	0.20	1.0	0.027	2.0	62.0 – 69.0

A partir de 1991, en la sección de química analítica de FES Cuautitlán UNAM, se comienzan a elaborar películas de óxidos sobre acero inoxidable (POSAI) para emplearse como electrodos indicadores de iones hidronio. Dichas películas se forman espontáneamente por la oxidación de los aceros inoxidables (que en su mayor composición es hierro) formando óxidos de hierro<sup>[2]</sup>.

La naturaleza del óxido formado es un factor importante<sup>[25]</sup> debido a:

- Ø Puede ser muy inestable, como en el caso del oro, por lo cual no se forma en condiciones ambientales normales.
- Ø Puede ser volátil, como lo es el óxido de molibdeno. Se produce entonces a una velocidad constante y relativamente alta.
- Ø Uno o más óxidos pueden formar una capa o capas sobre la superficie metálica.

Este último es el más común y a continuación se describe más a detalle.

Películas de óxido y cascarillas. Se llama películas de óxido a las capas superficiales cuyo espesor es menor a 3000 Å, y cascarillas cuando el espesor es mayor. Las cascarillas pueden ser protectoras, siempre y cuando su volumen sea, por lo menos, igual al de metal en que se forma, y no protectoras si su formación es discontinua e incapaz de evitar el paso de oxígeno a la superficie metálica.

La oxidación del hierro es un ejemplo de la formación simultánea de dos o más capas de óxido. Cuando se tienen temperaturas elevadas, la cascarilla se compone principalmente de una capa interna de FeO, una capa intermedia de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> y una capa superficial de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la cual está en contacto directo con el oxígeno. Esta cascarilla es muy adherente y difícil de eliminar por medio del decapado en ácido.

En aleaciones puede presentarse una oxidación selectiva; es decir, se oxida sólo alguno de los componentes. También se da el caso de una cascarilla polifásica, esto es, los óxidos separados forman una solución sólida.

Si la cascarilla de óxido se compone de una sola fase, las características de la oxidación, normalmente se controlan a través de las propiedades de la fase de óxido que sea continua.

Oxidación interna. Consiste en la oxidación de un elemento aleante localizado debajo de la superficie de metal base; puede desarrollarse en ausencia de una formación considerable de película o cascarilla superficial. Básicamente requiere de las siguientes condiciones:

- ∅ El elemento de aleación debe ser más afín al oxígeno que al metal base.
- ∅ El oxígeno debe difundirse con mayor rapidez que el elemento de aleación, en el metal base.

La producción de la oxidación interna en la zona superficial no debe destruirse por una formación rápida de la cascarilla sobre el metal base.

## **VALORACIONES**

En una valoración, al analito se le añaden incrementos de la disolución del reactivo (valorante) hasta que la reacción se completa. A partir de la cantidad de valorante gastado, se puede calcular la cantidad de analito que debía haber en la muestra.

Los principales requisitos de una reacción útil para que sirva de base a una valoración es que tenga una constante de equilibrio grande y transcurra rápidamente. Las valoraciones más comunes están basadas en reacciones ácido – base, óxido – reducción, formación de complejos y precipitación.

El punto de equivalencia es el punto en que la cantidad de valorante añadido es exactamente la necesaria para que reaccione estequiométricamente con el analito. Lo que en realidad medimos es el punto final, que se observa por un brusco cambio de una propiedad física de la disolución. Entre los métodos para determinar el momento en que se ha consumido el analito se pueden mencionar:

- Ø Detectar un cambio brusco de voltaje o corriente entre un par de electrodos.
- Ø Observar un cambio de color del indicador
- Ø Seguimiento de la absorción de la luz

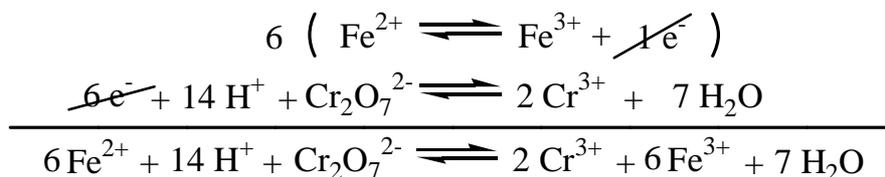
Un indicador es un compuesto con una propiedad física que cambia bruscamente cerca del punto de equivalencia. El cambio lo causa la desaparición del analito o la aparición del exceso de valorante.

La validez de un resultado analítico depende de que se sepa la cantidad de uno de los reactivos usados. La concentración del valorante se conoce si fue preparado disolviendo una cantidad pesada de reactivo puro en un volumen conocido de disolución. En este caso el reactivo se llama un patrón primario, porque es suficientemente puro para ser pesado y usado directamente.

El valorante no puede ser siempre un patrón primario, en su lugar se usa una disolución que contiene aproximadamente la concentración deseada y se valora con un patrón primario. Este procedimiento se llama estandarización y así podemos determinar la concentración del valorante destinado a un análisis y se le llama disolución estándar.

## **VALORACIONES REDOX**

La valoración redox se basa en una reacción de óxido – reducción entre la especie por analizar o analito y el titulante. Por ejemplo, una de las reacciones redox que más ha sido estudiada por la literatura es la reacción entre el  $\text{Fe}^{2+}$  y el  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  en medio ácido.



La constante de equilibrio de la reacción de valoración es fácil de calcular a partir del potencial estándar de reducción de cada semirreacción involucrada:

$$K = 10^{\frac{n_1 n_2 (E_1^\circ - E_2^\circ)}{0.059}} = 10^{\frac{6(1.36 - 0.77)}{0.059}} = 10^{60}$$

En la práctica, la reacción ocurre con bastante rapidez a temperatura ambiente, para hacer de esta valoración un método analítico satisfactorio. El valor enorme de la constante de equilibrio asegura que la reacción es cuantitativa.

El principal uso del dicromato es la valoración del hierro (II), que se utiliza directamente para el análisis del hierro, o bien indirectamente para la determinación de oxidantes que se han hecho reaccionar con un exceso de hierro (II) el cual se valora con dicromato.

Si las dos semirreacciones implicadas en una valoración redox se comportan reversiblemente frente a un electrodo, las formas de las curvas de valoración deben concordar estrechamente con las trazadas a partir de los valores calculados, aunque el potencial del electrodo alcance su valor de equilibrio más y más lentamente al aumentar la dilución.

Capítulo 2.

Parte

Experimental

### Elaboración de electrodo Pt – POSAI.

Se cortan alambres de acero inoxidable 316 de una longitud aproximada de 10 cm., se lavan para eliminar la grasa y suciedad que tengan en la superficie.

En una solución de  $\text{CrO}_3$  2.5 M en  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M<sup>[29,31]</sup>, se sumergen aproximadamente 8 cm. de la longitud de los alambres a una temperatura de 70° C en agitación constante durante un tiempo de 17 minutos. Después del tratamiento se obtiene una coloración rojiza en la parte del acero que se encontraba sumergida en la solución. A este electrodo se le denominó POSAI – 316, que para éste trabajo funcionará como electrodo de referencia.

Como electrodo indicador, se emplea un alambre de platino de una longitud aproximada de 1 cm. unido a un alambre de cobre de aproximadamente 10 cm. de longitud mediante una gota de soldadura.

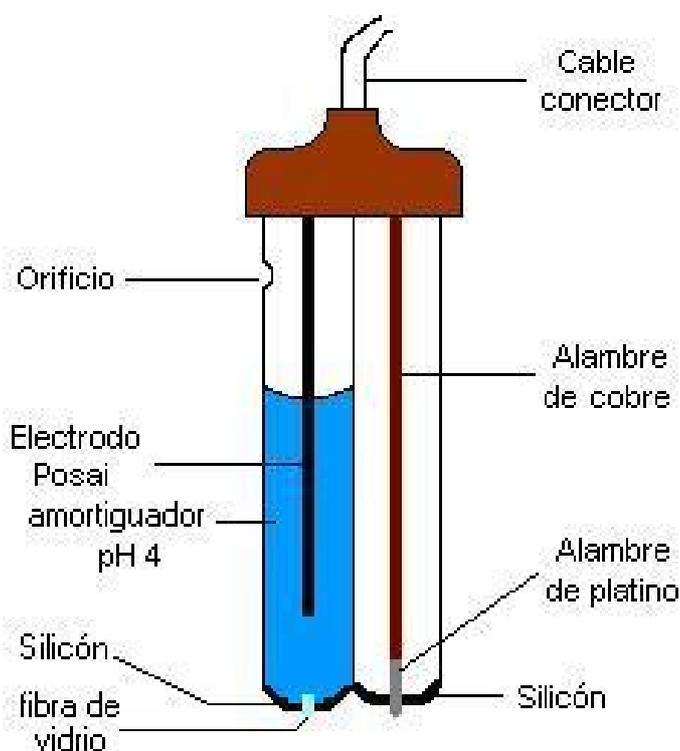


Figura 4. Electrodo alternativo Pt – POSAI (Pt como indicador y POSAI como referencia)

Este electrodo que se muestra en la figura 4, está formado por dos tubos unidos como está ilustrado. En la parte izquierda se encuentra el electrodo POSAI, una solución amortiguadora de pH 4, silicón para sellar el fondo del tubo y fibra de vidrio para permitir el contacto eléctrico entre la solución y el electrodo POSAI, además de un orificio en la parte superior por el cual se agrega la solución amortiguadora. En la parte derecha se encuentra el electrodo de platino, también en el fondo del tubo se utilizó silicón para sellarlo. En ambos electrodos (indicador y referencia) se realizó la conexión correspondiente al cable para poder ser empleado directamente en el potenciómetro.

Después de la elaboración del electrodo se procedió a verificar el comportamiento de los electrodos frente a soluciones amortiguadoras. Se sumergieron tanto el electrodo comercial de Pt – referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) y el electrodo alternativo Pt – POSAI en soluciones buffer de pH 4, 7, 10. Los electrodos se conectaron a un potenciómetro midiendo potencial en milivolts (mV). Esto se hizo para verificar que con los electrodos de platino no hay variación de potencial al no existir un par óxido – reductor. Se graficaron los resultados para tener una representación visual del sistema. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y 2, y en las Gráficas 1 a 4.

### **Tratamiento a los electrodos de Platino**

Se preparó una solución de que contuviera  $\text{Fe}^{2+} / \text{MnO}_4^-$  en relación 2:1. Esto con el fin de dar el tratamiento a los electrodos de Pt – POSAI y Pt – referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) de la siguiente manera: Se sumergieron los electrodos en la solución preparada anteriormente durante 24 horas. Transcurrido el tiempo, se enjuagó con agua destilada y se sumergieron los electrodos en soluciones buffer pH 4, 7, 10 para medir su actividad. Esto se repitió durante cuatro días, haciendo las mediciones de ida y vuelta, es decir, de pH 4 a 10 (ida) y de pH 10 a 4 (vuelta), con el fin de observar si su respuesta es buena. Se graficaron los resultados obtenidos, los cuales se muestran en la Tabla 2 y Grafica 2. Durante este tiempo se observó una linealidad en los electrodos, por lo tanto se amplió la escala de medición en soluciones buffer. Se midió en buffer pH 2, 4, 7, 10, 13 para corroborar que el electrodo Pt – POSAI y Pt comercial tiene una respuesta favorable, nuevamente se graficaron y analizaron los resultados obtenidos, éstos se muestran en la Tabla 4 y en las Gráficas 7 y 8.

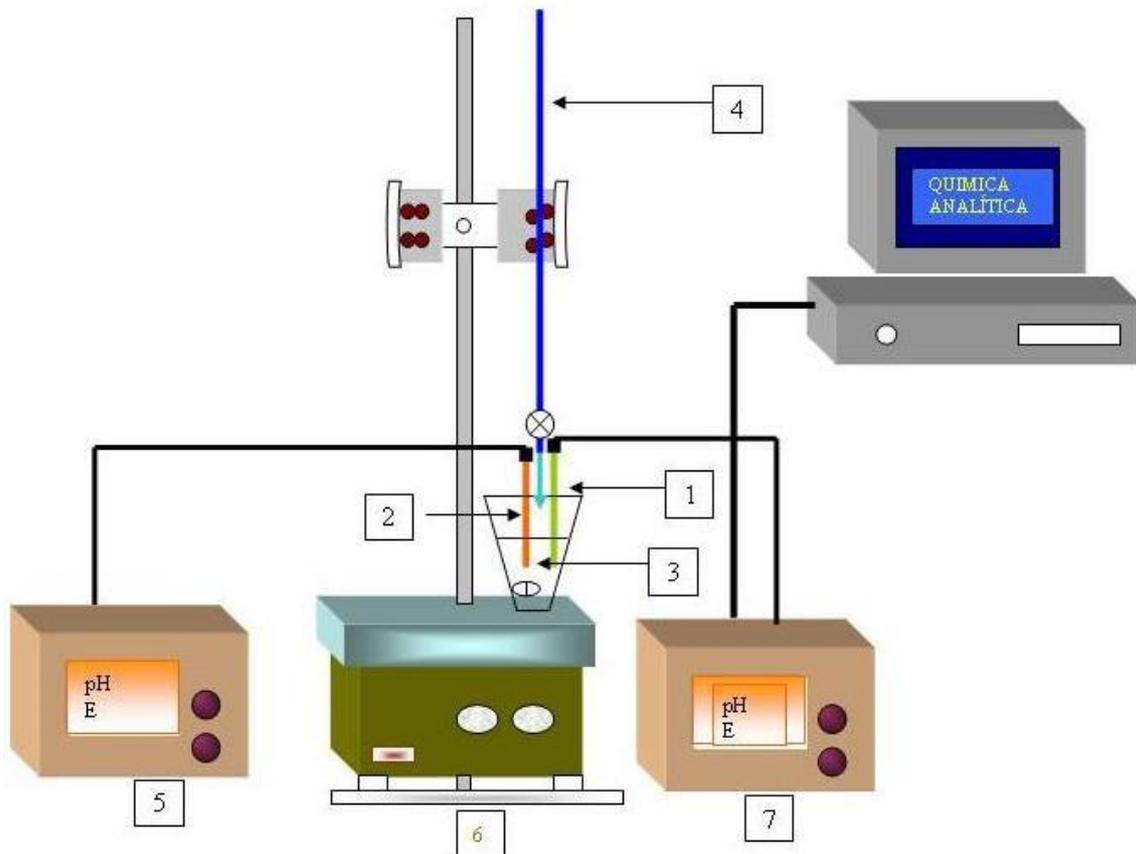
El siguiente paso fue la valoración ácido – base. Se colocaron 10 mL de KOH 0.0477 N en un vaso tequilero mediante una pipeta volumétrica de 10 mL, se coloca una barra magnética y se sumerge el electrodo de vidrio que está conectado a un potenciómetro. En el mismo vaso tequilero se sumerge el electrodo comercial Pt – referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) que está conectado a otro potenciómetro para seguir en paralelo la valoración que se lleva a cabo con el electrodo de vidrio. Se valoró con 4.78 (volumen promedio) mL de una solución estándar de HCl 0.1 N que se colocó en una bureta de 10 mL con precisión de 0.05 mL previamente sujeta en un soporte universal con la ayuda de unas pinzas para bureta. Para mantener una agitación constante se colocó el vaso tequilero sobre un agitador magnético. A fin de comprender mejor lo anterior se presenta una foto del montaje en la figura 5 y el esquema del montaje en la figura 6; este montaje permite obtener lecturas simultáneas que en nuestro caso serán pH para el electrodo de vidrio y potencial para el electrodo de platino.



Figura 5. Fotografía del montaje experimental para la valoración de KOH con HCl

En donde:

1. Electrodo Comercial Pt - Referencia ( $\text{Ag}^{\ominus}/\text{AgCl}$ )
2. Electrodo de Vidrio
3. Solución Estandarizada de KOH 0.0477 M
4. Solución Estándar de HCl 0.1 N
5. Potenciómetro conectado al electrodo de vidrio midiendo pH
6. Agitador magnético
7. Potenciómetro conectado al electrodo comercial Pt - Referencia ( $\text{Ag}^{\ominus}/\text{AgCl}$ ) midiendo potencial en mV



**Figura 6.** Esquema del montaje experimental indicando cada uno de los componentes del sistema de trabajo. Este mismo procedimiento se realizó para el electrodo alternativo Pt - POSAI. Los datos obtenidos se llevaron a una hoja de cálculo para obtener las gráficas y mediante el método de la primera derivada obtener el volumen del punto de equivalencia.

### **Valoraciones Redox con electrodos de platino, comercial y alternativo.**

Posterior a las valoraciones ácido – base, se realizaron valoraciones de óxido reducción. Se colocaron 10 mL de  $\text{FeSO}_4$  0.05008 M con 0.887 mL (volumen promedio) de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0.10026 M utilizando simultáneamente el electrodo comercial de Pt – Referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) y Electrodo Pt – POSAI. El montaje experimental fue el mismo que en las valoraciones ácido – base, solo que ahora se medirán en los dos potenciómetros el potencial en milivolts (mV). El montaje experimental se aprecia en la siguiente fotografía.



**Figura 7. Fotografía del montaje experimental para la valoración redox de  $\text{FeSO}_4$  con  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$**

Todas las valoraciones realizadas, es decir, ácido – base empleando electrodo de vidrio y electrodo comercial Pt – Referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ), ácido – base empleando electrodo de vidrio y electrodo alternativo Pt – POSAI, y las valoraciones REDOX utilizando electrodo comercial Pt – Referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) y electrodo Pt – POSAI, se realizaron por quintuplicado y el volumen de punto de equivalencia reportado es el promedio de los cinco.

# Capítulo 3.

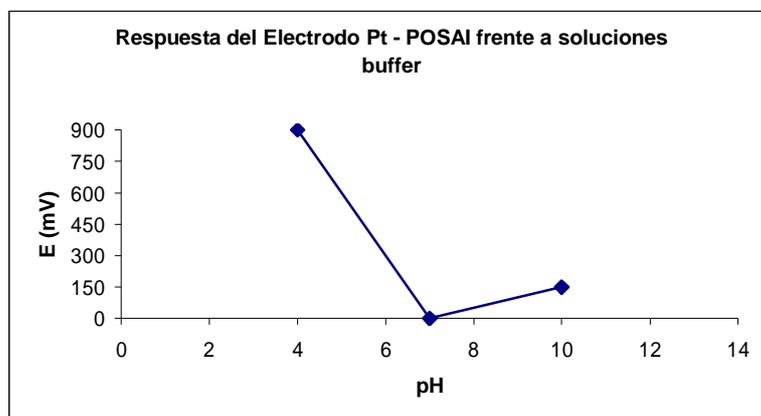
# Resultados

A continuación se presentan los resultados obtenidos de las mediciones antes del tratamiento a los electrodos.

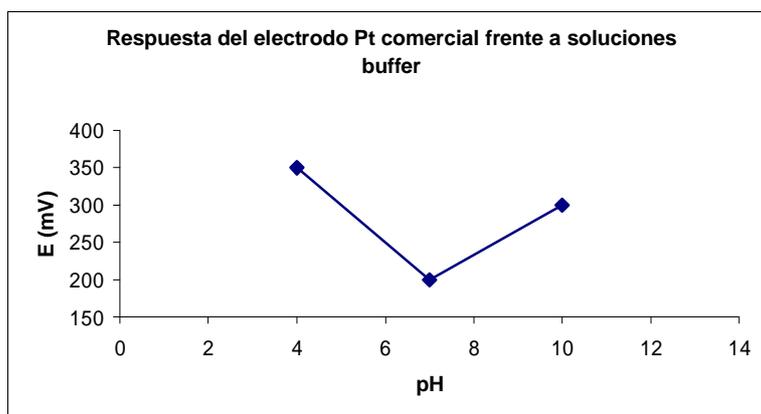
### Primera medición

Electrodo Pt – POSAI		Electrodo Pt Comercial	
Buffer	E (mV)	Buffer	E (mV)
4	900	4	350
7	Sin lectura estable	7	200
10	150	10	300

Tabla 1. Primera medición en la verificación de la respuesta al pH con electrodos de Platino, tanto comercial como alternativo antes del tratamiento



Gráfica 1. Presenta el comportamiento del electrodo alternativo Pt – POSAI en la primera medición frente a diferentes soluciones amortiguadoras antes del tratamiento.



Gráfica 2. Presenta el comportamiento del electrodo alternativo Pt comercial (Pt – Ag<sup>+</sup>/AgCl) en la primera medición frente a diferentes soluciones amortiguadoras antes del tratamiento.

## Segunda medición

Electrodo Pt – POSAI		Electrodo Pt Comercial	
Buffer	E (mV)	Buffer	E (mV)
4	325	4	500
7	Sin lectura estable	7	350
10	125	10	400

Tabla 2. Segunda medición en la verificación de la respuesta al pH con electrodos de Platino, tanto comercial como alternativo antes del tratamiento.

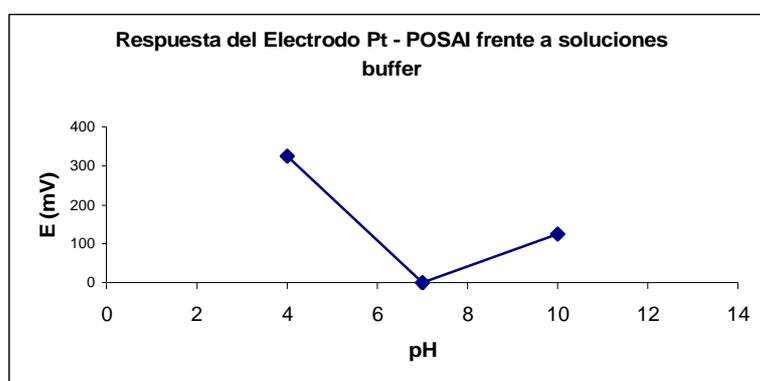


Gráfico 3. Presenta el comportamiento del electrodo alternativo Pt – POSAI en la segunda medición frente a diferentes soluciones amortiguadoras antes del tratamiento.

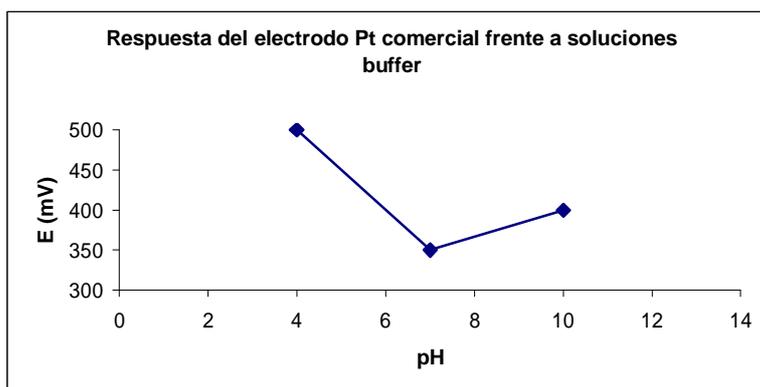
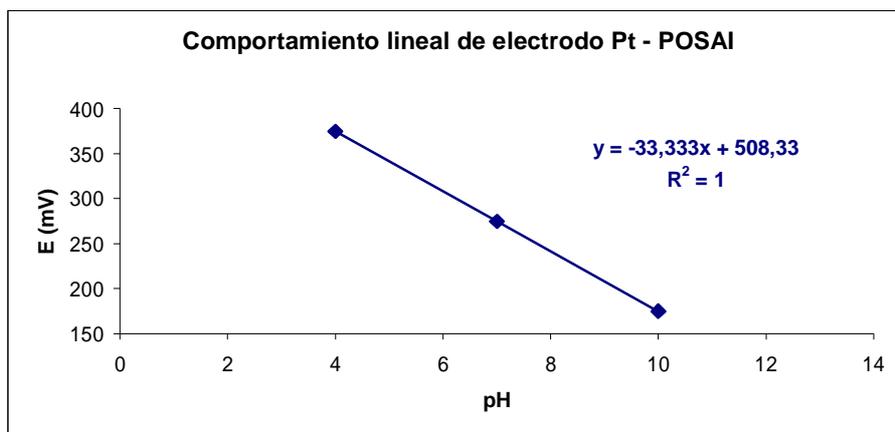


Gráfico 4. Presenta el comportamiento del electrodo alternativo Pt comercial (Pt – Ag<sup>+</sup>/AgCl) en la primera medición frente a diferentes soluciones amortiguadoras antes del tratamiento.

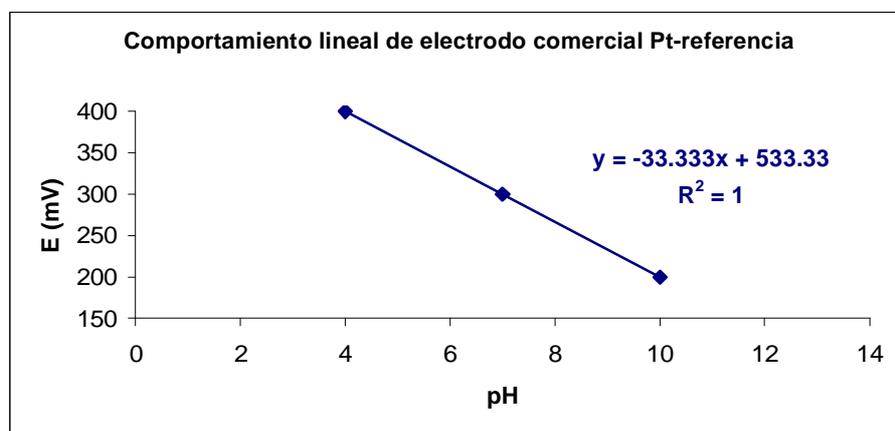
Las mediciones se hicieron por duplicado y como se puede observar no existe un comportamiento lineal. A partir de estos datos se comparó la respuesta obtenida después del tratamiento. Los resultados son los siguientes.

<b>Día 1</b>					
<b>Electrodo Pt – POSAI</b>			<b>Electrodo Comercial Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl)</b>		
<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>	<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>
4	100	375	4	450	450
7	50	275	7	400	400
10	-50	175	10	300	300
<b>Día 2</b>					
<b>Electrodo Pt – POSAI</b>			<b>Electrodo Comercial Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl)</b>		
<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>	<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>
4	250	150	4	400	400
7	150	75	7	300	325
10	25	-75	10	200	225
<b>Día 3</b>					
<b>Electrodo Pt – POSAI</b>			<b>Electrodo Comercial Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl)</b>		
<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>	<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>
4	200	--	4	350	--
7	100	--	7	275	--
10	-50	--	10	175	--
<b>Día 4</b>					
<b>Electrodo Pt – POSAI</b>			<b>Electrodo Comercial Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl)</b>		
<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>	<b>Buffer</b>	<b>Medición (IDA) E (mV)</b>	<b>Medición (VUELTA) E (mV)</b>
4	450	475	4	400	375
7	400	400	7	300	325
10	300	275	10	200	225

**Tabla 3. Verificación de la respuesta al pH durante cuatro días con electrodos de Platino, tanto comercial como alternativo después del tratamiento con un sistema oxido – reductor.**



Gráfica 5. Ejemplo del comportamiento lineal del electrodo Pt – POSAI después del tratamiento.



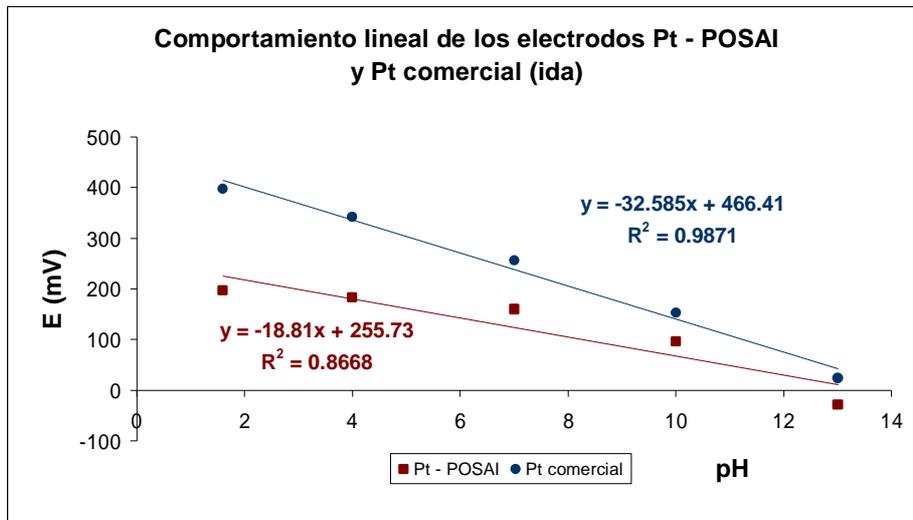
Gráfica 6. Ejemplo del comportamiento lineal del electrodo comercial Pt – referencia (Ag<sup>+</sup>/AgCl) después del tratamiento.

Ampliación de la escala de para corroborar que el electrodo es sensible a prácticamente toda la escala de pH. Los resultados obtenidos son los siguientes:

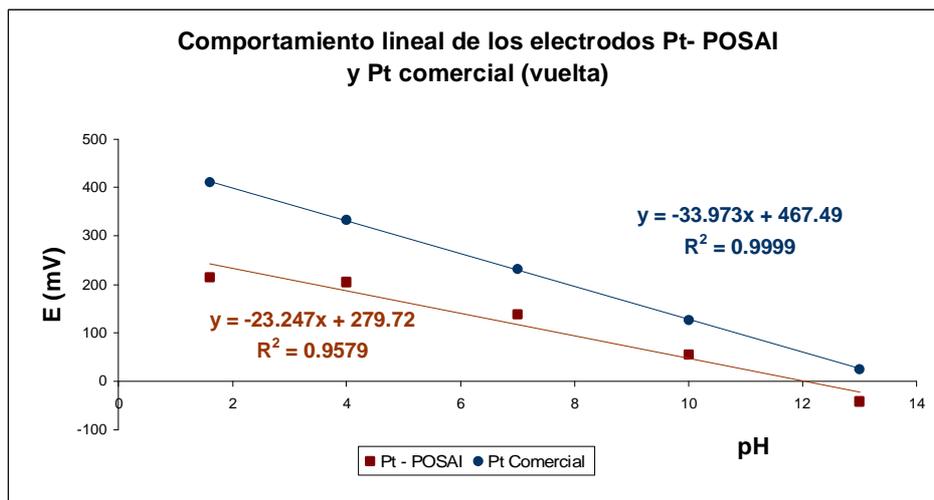
Mediciones Ida		
Buffer	E (mV) Pt-POSAI	E (mV) Pt comercial
1.6	197	397
4	183	342
7	160	256
10	97	153
13	-28	24

Mediciones Vuelta		
Buffer	E (mV) Pt-POSAI	E (mV) Pt comercial
13	-42	25
10	55	127
7	138	232
4	205	333
1.6	-215	411

Tabla 4. Verificación de la respuesta de los electrodos de Platino, tanto comercial como alternativo al ampliar la escala de pH después del tratamiento con un sistema oxido – reductor.



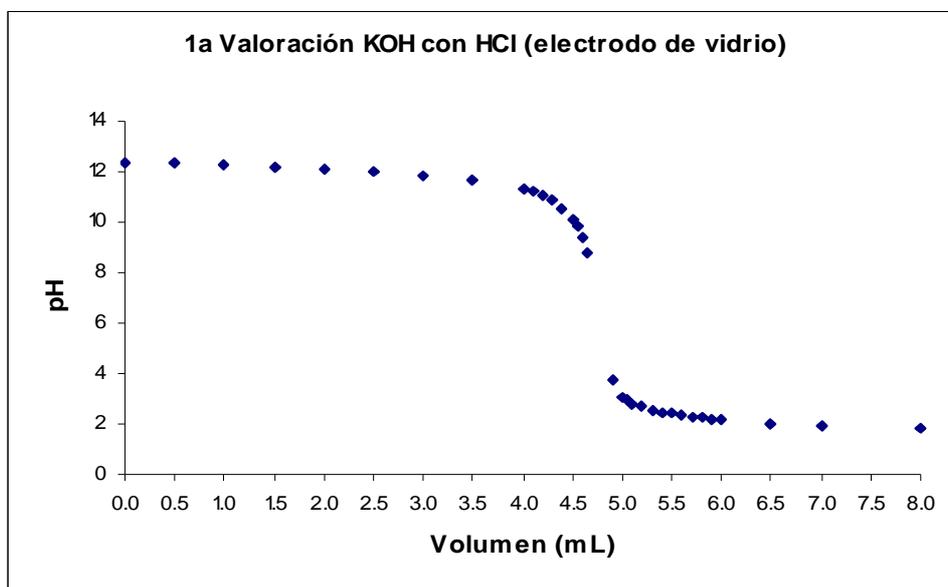
Gráfica 7. Comportamiento lineal en la ampliación de la escala de pH utilizando electrodo Pt – POSAI y Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl) después del tratamiento.



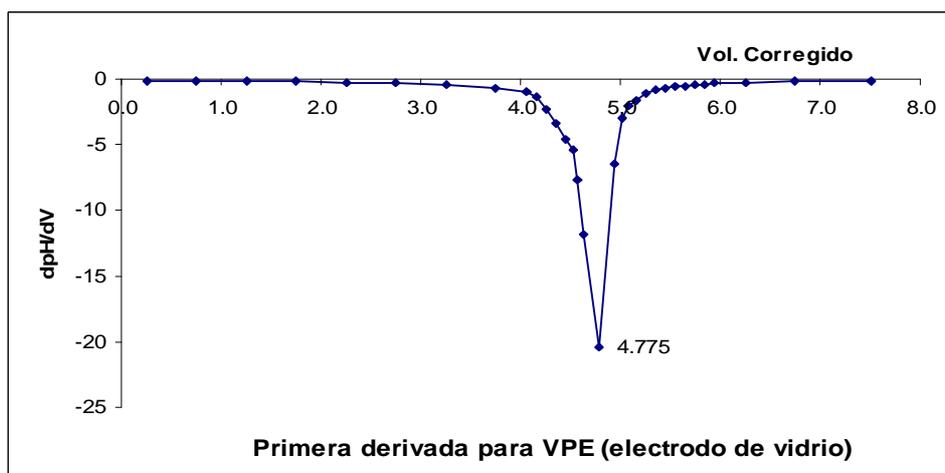
Gráfica 8. Comportamiento lineal en la ampliación de la escala de pH utilizando electrodo Pt – POSAI y Pt – referencia (Ag<sup>0</sup>/AgCl) después del tratamiento.

Valoración de 10 mL de KOH 0.0477 M con HCl 0.1 M utilizando simultáneamente Electrodo de Pt – referencia (Ag°/AgCl) y electrodo combinado de vidrio								
Electrodo	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	$\sigma$	CV
Pt- (Ag°/AgCl)	4.775	4.80	4.775	4.750	4.80	4.78	0.0209	0.0044
Vidrio Combinado	4.775	4.80	4.775	4.750	4.80	4.78	0.0209	0.0044

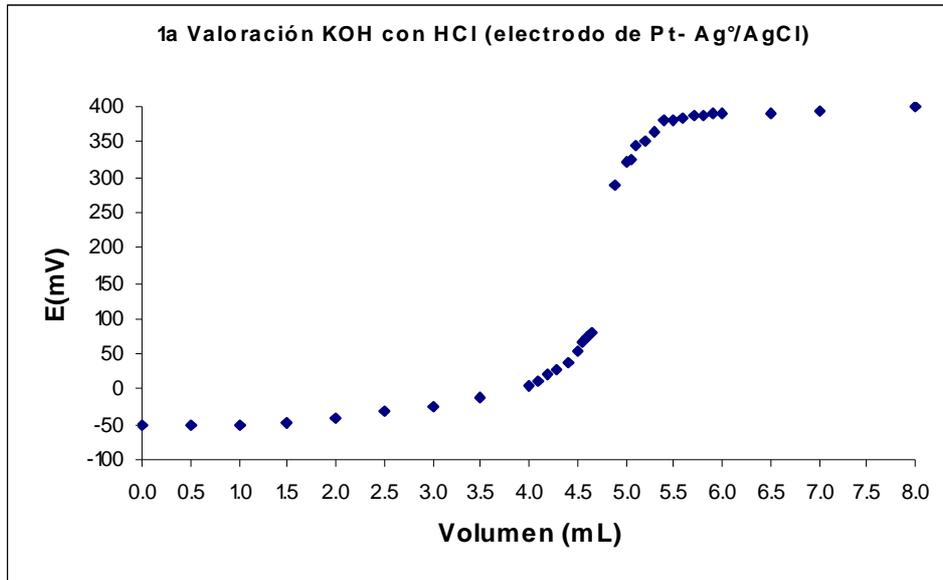
Tabla 5. Resultados de los volúmenes del punto de equivalencia las cinco valoraciones en paralelo ácido – base empleando electrodo comercial de Pt – referencia (Ag°/AgCl) y electrodo de vidrio.



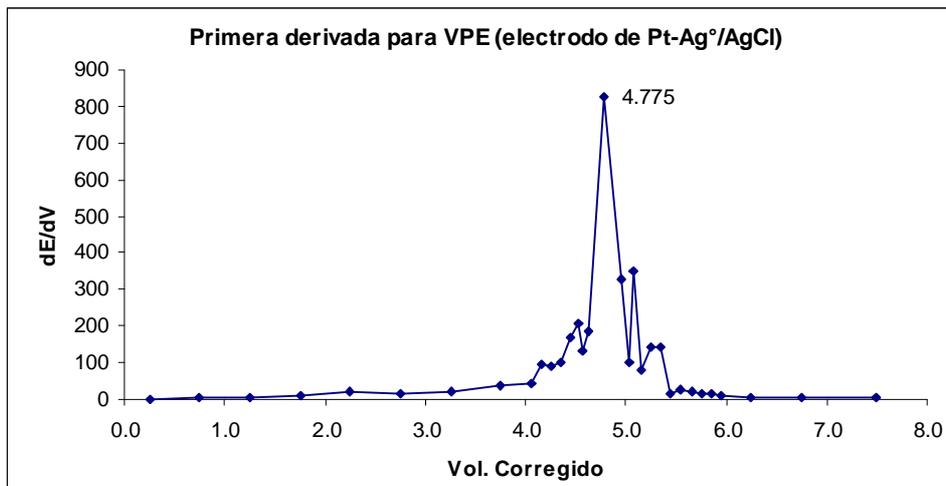
Gráfica 9. 1a Valoración de KOH 0.0477N con HCl 0.1N empleando electrodo de vidrio



Gráfica 10. Determinación del VPE empleando la 1ª derivada



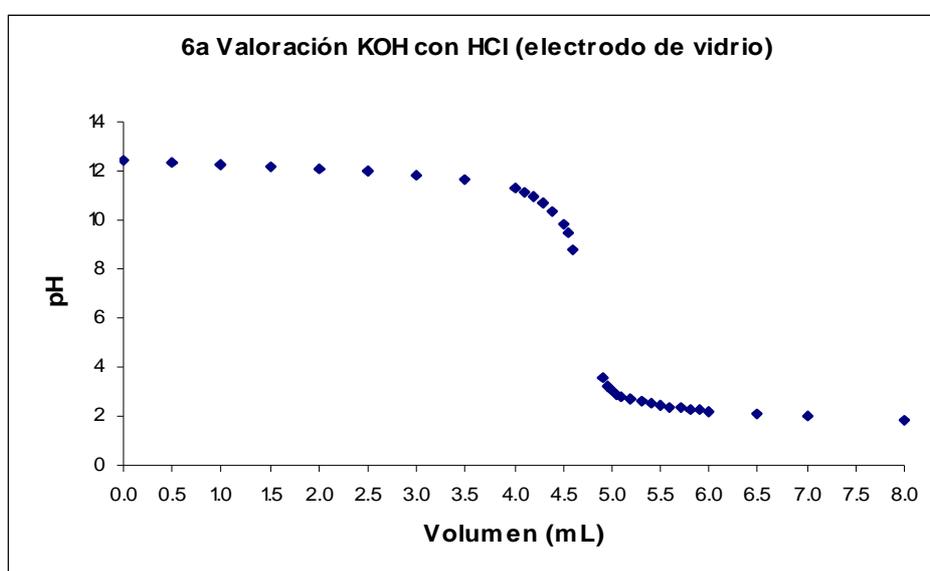
Gráfica 11. 1a Valoración de KOH 0.0477N con HCl 0.1N empleando electrodo Pt – Ag°/AgCl



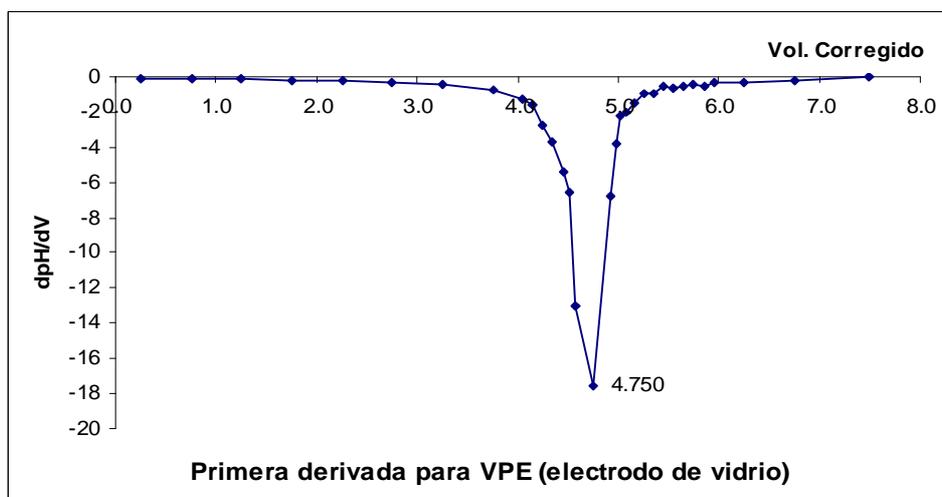
Gráfica 12. Determinación del VPE empleando la 1ª derivada

Valoración de 10 mL de KOH 0.0477 M con HCl 0.1 M utilizando simultáneamente Electrodo de Pt – POSAI y electrodo combinado de vidrio								
Electrodo	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	$\sigma$	CV
Pt- (Ag <sup>o</sup> /AgCl)	4.75	4.75	4.75	4.725	4.70	4.70	0.0224	0.0048
Vidrio Combinado	4.75	4.75	4.75	4.725	4.70	4.70	0.0224	0.0048

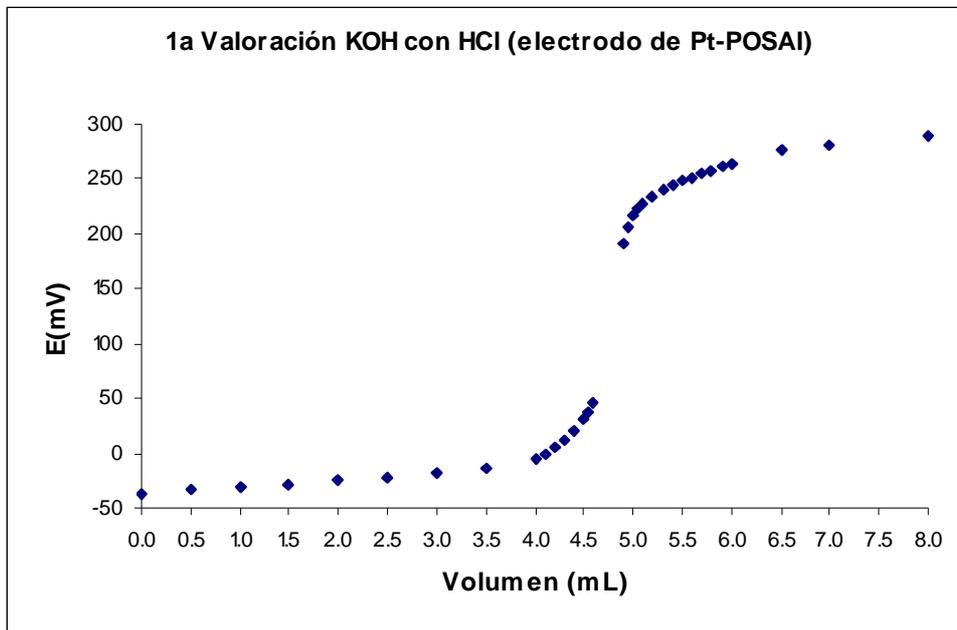
Tabla 6. Resultados de los volúmenes del punto de equivalencia las cinco valoraciones en paralelo ácido – base empleando electrodo alternativo de Pt – POSAI (Ag<sup>o</sup>/AgCl) y electrodo de vidrio.



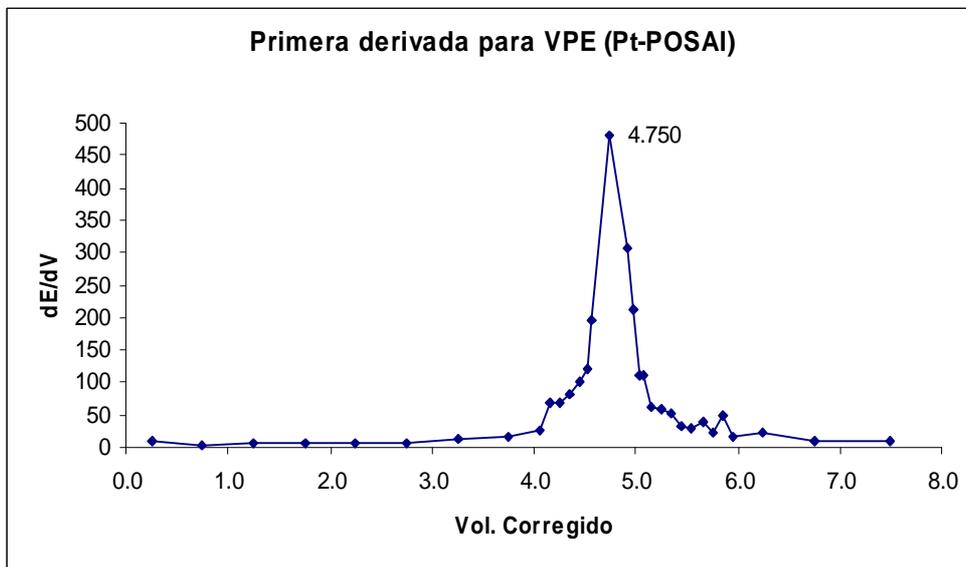
Gráfica 13. 6a Valoración de KOH 0.0477N (1a en paralelo empleando electrodo de vidrio y Pt – POSAI) con HCl 0.1N empleando electrodo de vidrio



Gráfica 14. Determinación del VPE empleando la 1ª derivada



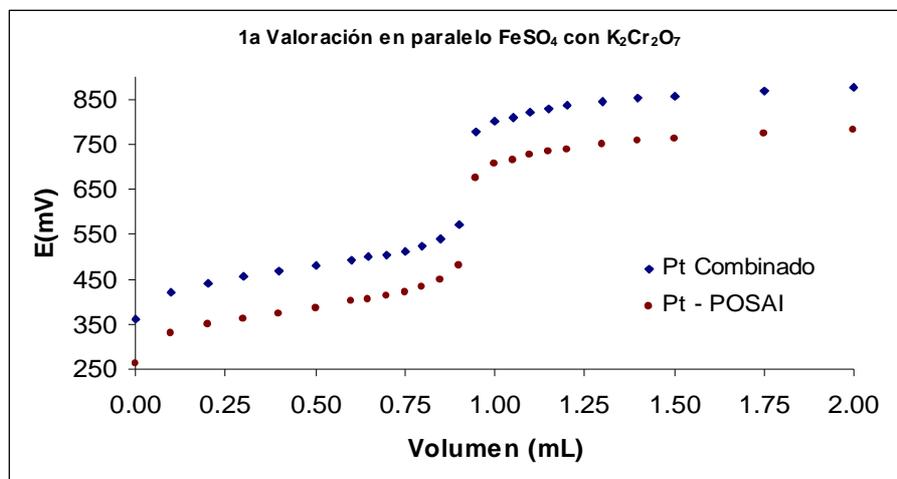
Gráfica 15. 1a Valoración de KOH 0.05N con HCl 0.1N empleando electrodo Pt - POSAI



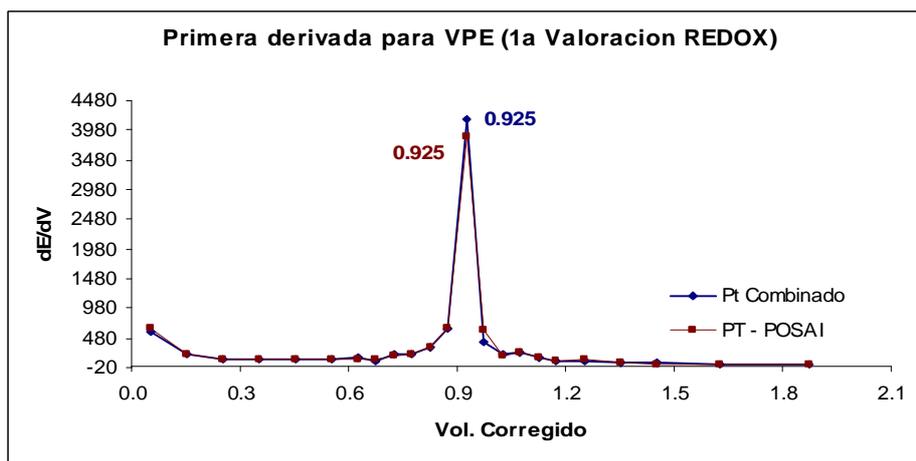
Gráfica 16. Determinación del VPE empleando la 1ª derivada

Valoración de 10 mL de $\text{FeSO}_4$ 0.05008 M con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.10026 M utilizando simultáneamente Electrodo de Pt – Referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) y Electrodo Pt - POSAI								
Electrodo	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	$\sigma$	CV
Pt- ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ )	0.925	0.875	0.875	0.875	0.875	0.885	0.0224	0.0253
Pt – POSAI	0.925	0.875	0.875	0.875	0.875	0.885	0.0224	0.0253

Tabla 7. Resultados de los volúmenes del punto de equivalencia las cinco valoraciones Redox seguidas en paralelo empleando electrodo comercial de Pt – referencia ( $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ ) y electrodo de Pt - POSAI.



Gráfica 17. 1a Valoración en paralelo de  $\text{FeSO}_4$  con  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  empleando electrodos Pt –  $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$  y Pt - POSAI



Gráfica 18. Determinación del VPE empleando la 1ª derivada

Como se mencionó, esos son los resultados de la primera valoración, con cada electrodo. Al final de este informe se anexan los resultados de todas las valoraciones realizadas, así como sus gráficos correspondientes.

# Capítulo 4.

## Discusión de resultados y Conclusiones

En general, todas las valoraciones realizadas siguen el mismo comportamiento anteriormente mostrado, lo que nos indica que el electrodo alternativo Pt – POSAI y el electrodo comercial Pt – referencia pueden ser empleados para llevar a cabo mediciones pH-métricas. Esto se puede justificar con lo siguiente.

El electrodo Pt-POSAI (platino – indicador / POSAI – referencia) esta compuesto de un alambre de acero inoxidable que al llevarlo a un medio fuertemente oxidante se forman sobre el óxido de hierro, de ahí su nombre de películas de óxidos sobre acero inoxidable (POSAI). Al plantear su equilibrio podemos observar lo siguiente:



por lo tanto, de acuerdo a la ecuación de Nernst el potencial para la reacción anterior es el siguiente:

$$E = E^\circ_{\text{Fe}^\circ/\text{Fe}_2\text{O}_3} + \frac{0.06}{6} \log \frac{[\text{Fe}_2\text{O}_3][\text{H}^+]^6}{[\text{Fe}^\circ]^2[\text{H}_2\text{O}]^3}$$

de lo anterior, las actividades del H<sub>2</sub>O, el Fe<sup>°</sup> y el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> son igual a la unidad debido a que se presentan en fase sólida o como disolvente, por lo que obtenemos la siguiente ecuación:

$$E = E^\circ_{\text{Fe}^\circ/\text{Fe}_2\text{O}_3} - 0.06\text{pH}$$

con lo anterior podemos observar que el potencial para el electrodo POSAI depende del pH, de ahí que se sumerge en una solución buffer (en nuestro caso pH = 4) para que entonces su potencial permanezca constante y pueda ser considerado un electrodo de referencia.

Por otra parte, el electrodo indicador de platino también es tratado, dicho procedimiento se mencionó en la parte experimental. Este tratamiento forma unas incrustaciones de hierro y óxido de hierro (de configuración no dilucidada) sobre el platino. El óxido que posiblemente esté formado sobre el platino es el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  que como vimos anteriormente su potencial depende del pH.

En el electrodo comercial de Pt – referencia ocurre lo mismo, solo que el electrodo de referencia es el sistema de  $\text{Ag}^\circ\text{-AgCl}$ , y al platino (electrodo indicador) también se le incrusta el óxido de hierro. Es por esto que podemos seguir la valoración de KOH con HCl, por que el potencial observado en los electrodos de platino depende del pH, ya que al ir agregando nuestro valorante el pH del sistema se modificará y como el potencial depende del pH podremos seguir la valoración y determinar el volumen de punto de equivalencia.

# Bibliografía

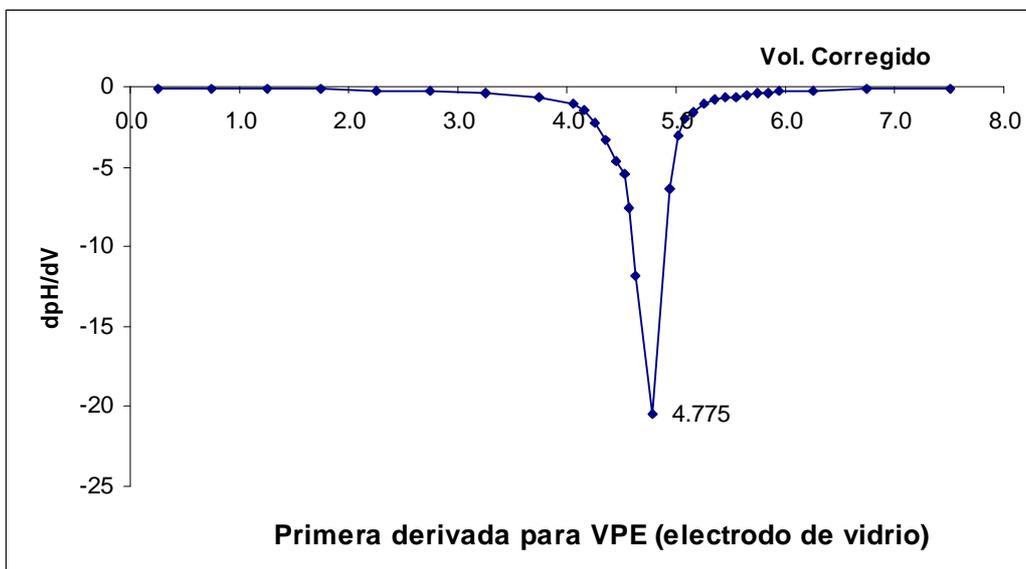
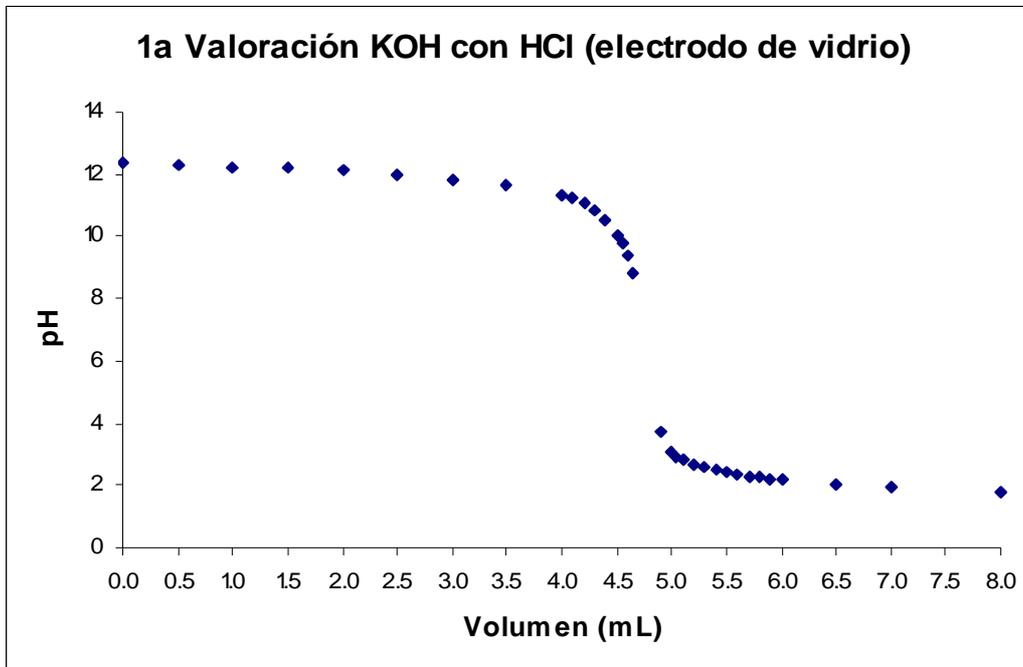
1. Ayres, Gilbert. “*Análisis químico cuantitativo*” OXFORD UNIVERSITY PRESS. México. **2001**. pp. 13 – 15, 522 – 531.
2. García Gómez, Francisco; Pérez Saavedra, José de Jesús; Márquez Vargas, Socorro. “*Películas de óxido sobre acero inoxidable 316 (POSAI-316) como electrodo indicador de pH en medio no acuoso*” Sociedad Química de México AC. Vol. 41 No. 1, **1996**.
3. Kinlen; Heider; Hubbard. “*A solid, State pH sensor based on a Nafion – Coated Iridium oxide indicador electrode and a polymer based silver chloride reference electrode*” Sensors and Actuators B, 22, pp. 13 – 25. **1994**.
4. Konchi; Mascini. “*Screen Printed Ruthenium Dioxide Electrodes for pH Measurements*” Analytica Chimica Acta. 351. pp. 143 – 149. **1997**.
5. Maldonado Martínez, Adrián Alfonso. “*Tratamiento Térmico de Acero Inoxidable tipo 304 y Acero Inoxidable tipo 316 para la Elaboración de un Electrodo de Estado Sólido Selectivo de Protones*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1991**.
6. Yu; Zhang; Shen. “*Potentiometric Sensors: Aspects of The Recent Development*” Sensors and Actuators B, 65, pp. 150 – 153. **2000**.
7. Samano Osuna, Rosalba Eurídice. “*Aplicación de las Películas de Oxido Sobre Acero Inoxidable 316 pala la elaboración de Ocho Curvas de Valoración Ácido – Base*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1991**.
8. Peng, Chai. “*A study of sensing characteristics of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gas sensing thin film*” Sensors and Actuators B, 13 – 14. **1993**. 591 – 593.
9. Skoog, Douglas A.; M. West, Donald; “*Química analítica*” 7ª Ed. McGraw-Hill. México. **2001**. pp. 494 – 499.
10. Nomura, K; Ujihira, Y. “*Response of Oxide Film Stainless Steel as a pH Sensor*” Anal. Chem., **1988**, 60, 2564 – 2567.
11. Martínez Estrada, Abigail. “*Elaboración y prueba de las POSAI – 316 como electrodos indicadores en titulaciones Redox que involucran al hierro*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. México. **1997**.
12. Páztor; Sekiguchi. “*Electrochemically – deposited RuO<sub>2</sub> films as pH sensors*” Sensors and Actuators B, 13 – 14, **1993**, 561 – 562.

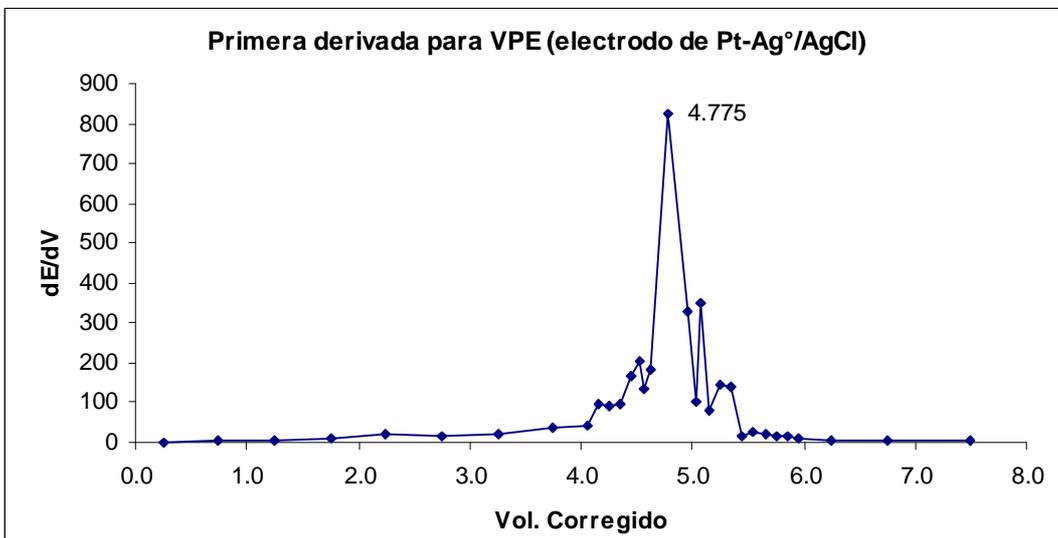
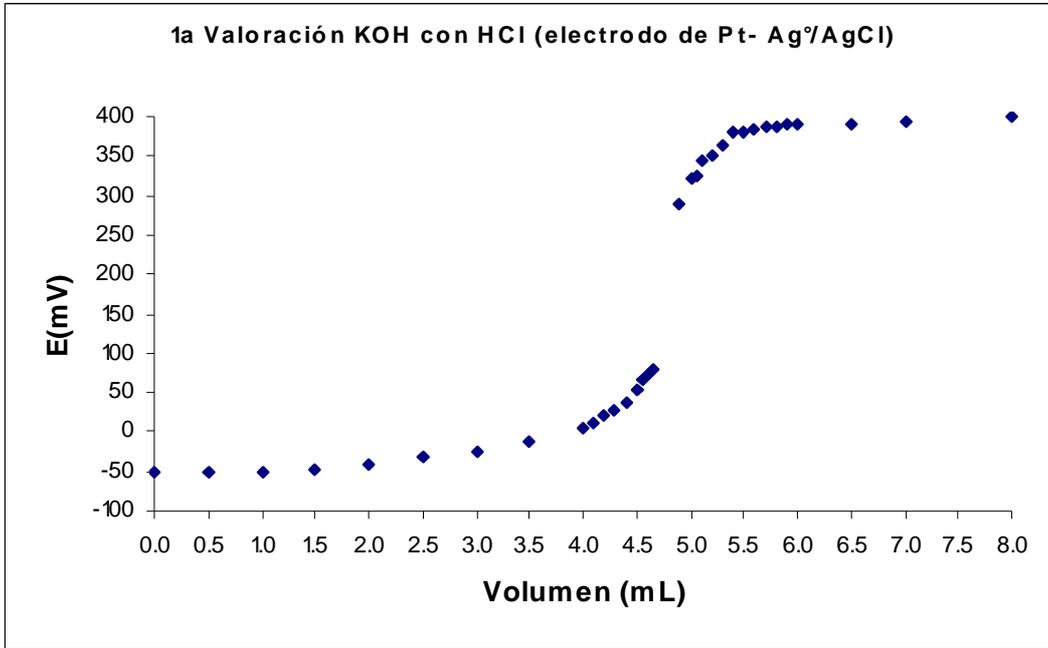
13. Páztor; Sekiguchi, Shimo, Kitamura, Masuhara. “*Iridium oxide – based microelectrochemical transistors for pH sensing*” *Sensors and Actuators B*, 12, **1993**, 225 – 230.
14. Cerón Aparicio; del Rosal Vargas; Pérez Saavedra, Galan Vidal. “*Potentiometric Glucosa Biosensor based on a pH Stainless Steel Electrode*” revista Cubana de Química, No. 1, Vol. XIII. **2000**.
15. Harris, Daniel. “*Análisis Químico Cuantitativo*” 2ª Edición. Editorial Reverté S.A. España **2001**. pp. 367 – 379.
16. Meixner, H. Lampe. “*Metal Oxide Sensors*” *Sensors and Actuators B*, 33, pp. 198 – 202. **1996**.
17. Hitchman Michael, Subramaniam Ramanathan. “*Evaluation of Iridium Oxide Electrodes Formed by Potencial Cycling as pH Probes*” *Analyst*, January **1988**. Vol. 113. pp. 1177 – 1191.
18. Carrasco S, Miguel Ángel. “*Tratamiento químico de un acero inoxidable para la construcción de un electrodo selectivo de protones*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1991**.
19. Pérez Saavedra, José de Jesús. “*Estudio Potenciométrico del ácido fluorhídrico con electrodos POSAI – 316*” Sociedad Química de México AC. Vol. 42 No. 4, **1998**.
20. Reyes Colín, Miguel Ángel. “*Aplicaciones de las Películas de Óxido Sobre Acero Inoxidable 316 (POSAI–316): Como electrodo de referencia, como electrodo indicador Redox en la cuantificación de Sulfato Ferroso en Ácido Sulfúrico con Dicromato de Potasio como valorante*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1994**.
21. Pineda Gaona, Esperanza. “*Elaboración de dos electrodos de Estado Sólido, uno selectivo a Cloruros y otro a Yoduros*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1991**.
22. Ramírez Vázquez, Nancy Roxana. “*Elaboración y prueba de las POSAI–316 como electrodos indicadores en Titulaciones Redox que involucran al hierro*” Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1997**.
23. Van Houndt, Paulus. “*Iridium Oxide pH Microelectrode*” *Biotechnology and Bioengineering*. Vol. 40. pp. 601 – 608.
24. Strobel. A., Howard. “*Instrumentación Química*” Editorial Limusa. México. **1974**.

25. Klingerman Silva, Martha. *“Elaboración y evaluación del electrodo de acero inoxidable 316 Electropulido como electrodo indicador en titulaciones Redox de Soluciones que involucran al Hierro”* Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **2004**.
26. Qingwen, Li. *“Response of Nanosized Cobalt Oxide Electrodes as pH sensors”* Analytica Chimica Acta, 409. **2000**. 137 – 142.
27. Rosales Valdez, Genaro. *“Estudio potenciométrico del ácido fluorhídrico: solo, en presencia de nitrato de magnesio y en presencia de nitrato de litio”* Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **1996**.
28. Domínguez Delgadillo, Miguel Ángel. *“Estudio de la respuesta al pH del electrodo de acero inoxidable 316 con electropulido”* Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **2004**.
29. Galicia Álvarez, Saúl. *“Elaboración y prueba de un electrodo combinado plata – POSAI”* Tesis de Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **2005**.
30. Shierbaum, Klaus–Dieter. *“Engineering of oxide surfaces and metal oxide interfaces for chemical sensors: recent trends”* Sensors and Actuators B, 24 -25. **1995**. 239 – 247.
31. Bucio García, José de Jesús. *“Comportamiento de los electrodos POSAI – 316 en presencia de cloruros”* Tesis de Ingeniería Química. F. E. S. Cuautitlán. UNAM. México. **2000**.
32. Serjeant. *“Potentiometry and Potentiometry Titrations”* Editorial Wiley. New York. **1984**. pp. 74 – 132.
33. Notas de la Dra. María Teresa Ramírez Silva. Departamento de Química. Área de Química Analítica. UAM Iztapalapa. Abril 2003
34. [http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen2/ciencia3/059/htm/sec\\_9.htm](http://omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen2/ciencia3/059/htm/sec_9.htm)
35. <http://www.oxirein.com/productos/oxhierro.htm>
36. <http://www.fis.cinvestav.mx/~sfes/2da/2ac.htm>
37. Tesis Digitales UNMSM. Infante Zapata, Pedro José. *“Vórtices en Superconductores”* Oficina General del sistema de bibliotecas y Biblioteca Central de la UNMSM.

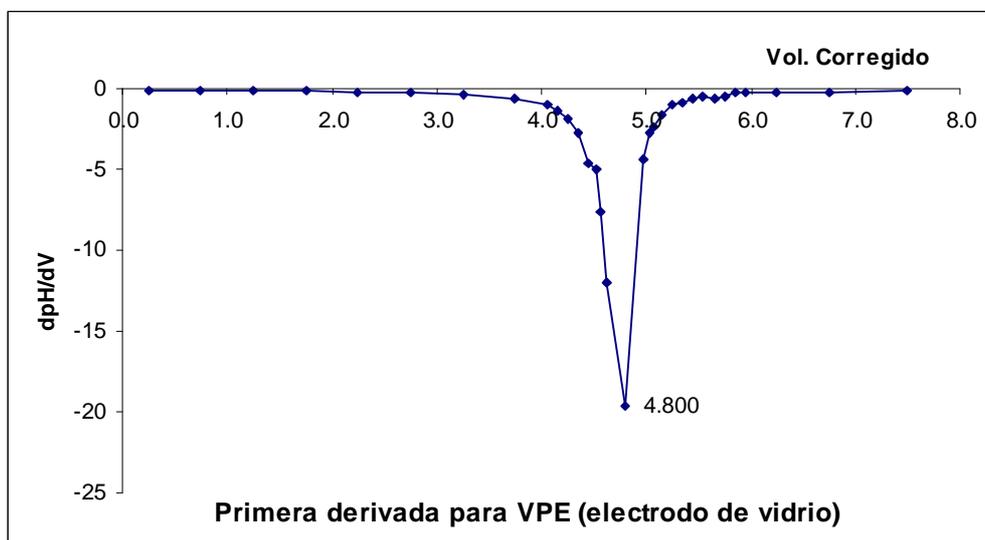
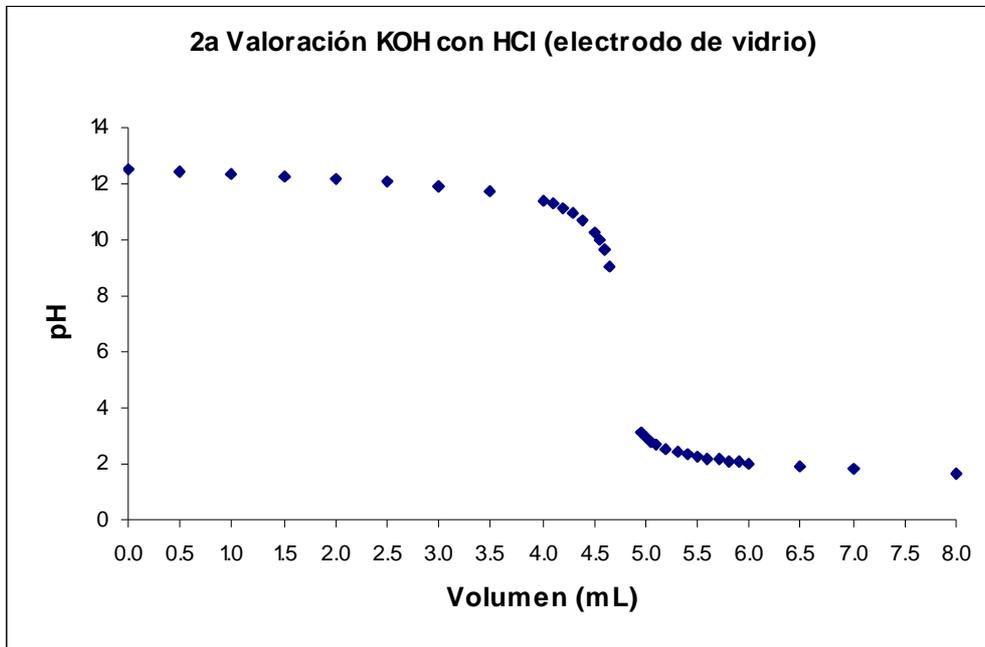
# Anexos

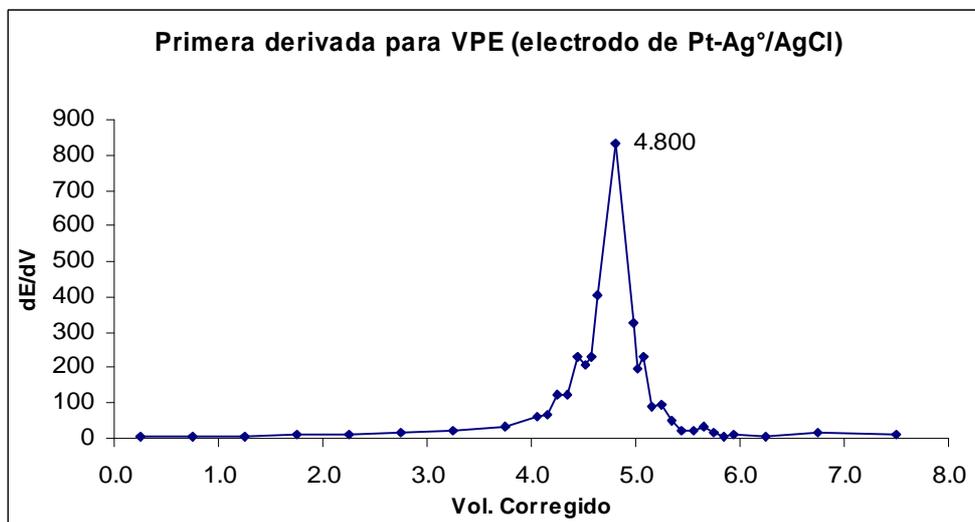
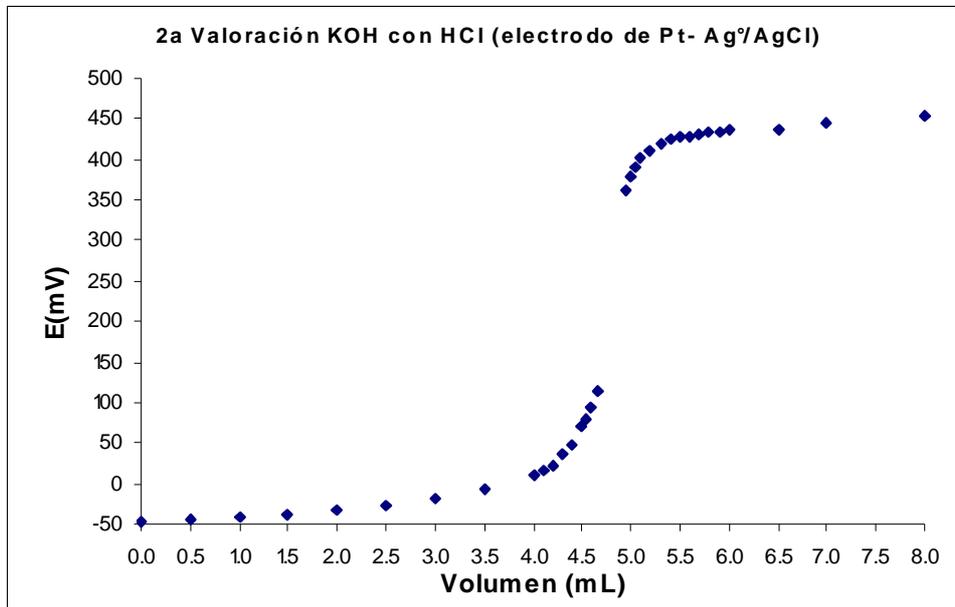
1ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – referencia (Ag <sup>o</sup> /AgCl)									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.38	0.50	-0.05	0.250	-0.10		-51.90	-0.60	-1.20
0.50	12.33	0.50	-0.07	0.750	-0.14		-52.50	2.00	4.00
1.00	12.26	0.50	-0.07	1.250	-0.14		-50.50	3.80	7.60
1.50	12.19	0.50	-0.08	1.750	-0.16		-46.70	6.00	12.00
2.00	12.11	0.50	-0.12	2.250	-0.24		-40.70	10.40	20.80
2.50	11.99	0.50	-0.14	2.750	-0.28		-30.30	6.90	13.80
3.00	11.85	0.50	-0.19	3.250	-0.38		-23.40	11.40	22.80
3.50	11.66	0.50	-0.34	3.750	-0.68		-12.00	17.70	35.40
4.00	11.32	0.10	-0.10	4.050	-1.00		5.70	4.10	41.00
4.10	11.22	0.10	-0.14	4.150	-1.40		9.80	9.60	96.00
4.20	11.08	0.10	-0.23	4.250	-2.30		19.40	9.00	90.00
4.30	10.85	0.10	-0.33	4.350	-3.30		28.40	9.80	98.00
4.40	10.52	0.10	-0.46	4.450	-4.60		38.20	16.80	168.00
4.50	10.06	0.05	-0.27	4.525	-5.40		55.00	10.30	206.00
4.55	9.79	0.05	-0.38	4.575	-7.60		65.30	6.70	134.00
4.60	9.41	0.05	-0.59	4.625	-11.80		72.00	9.20	184.00
4.65	8.82	0.25	-5.11	4.775	-20.44		81.20	206.60	826.40
4.90	3.71	0.10	-0.64	4.950	-6.40		287.80	32.90	329.00
5.00	3.07	0.05	-0.15	5.025	-3.00		320.70	5.00	100.00
5.05	2.92	0.05	-0.10	5.075	-2.00		325.70	17.60	352.00
5.10	2.82	0.10	-0.16	5.150	-1.60		343.30	7.90	79.00
5.20	2.66	0.10	-0.11	5.250	-1.10		351.20	14.30	143.00
5.30	2.55	0.10	-0.08	5.350	-0.80		365.50	14.10	141.00
5.40	2.47	0.10	-0.07	5.450	-0.70		379.60	1.60	16.00
5.50	2.40	0.10	-0.06	5.550	-0.60		381.20	2.50	25.00
5.60	2.34	0.10	-0.05	5.650	-0.50		383.70	2.00	20.00
5.70	2.29	0.10	-0.04	5.750	-0.40		385.70	1.50	15.00
5.80	2.25	0.10	-0.04	5.850	-0.40		387.20	1.80	18.00
5.90	2.21	0.10	-0.03	5.950	-0.30		389.00	0.90	9.00
6.00	2.18	0.50	-0.15	6.250	-0.30		389.90	1.70	3.40
6.50	2.03	0.50	-0.08	6.750	-0.16		391.60	2.00	4.00
7.00	1.95	1.00	-0.13	7.500	-0.13		393.60	6.00	6.00
8.00	1.82	-8.00	-1.82	4.000	0.23		399.60	-399.60	49.95



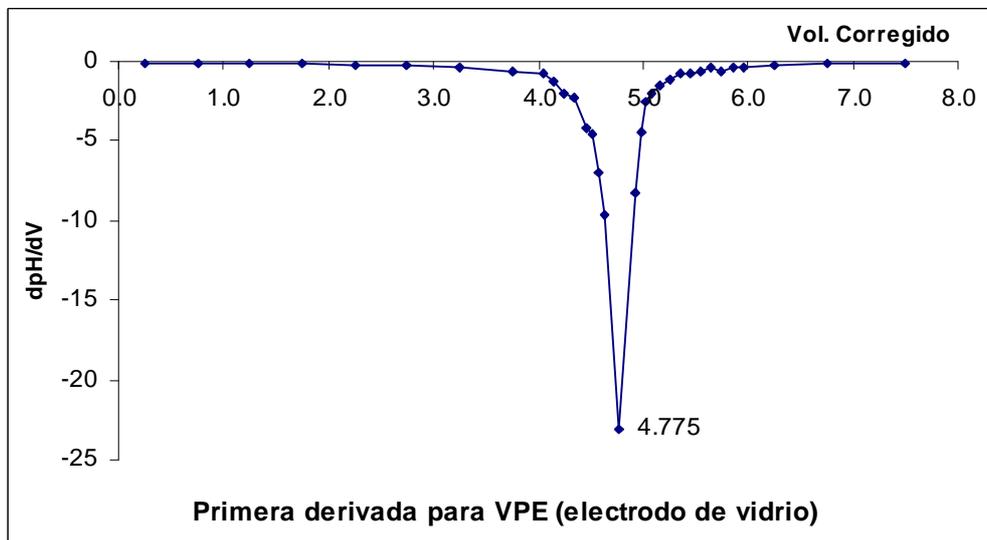
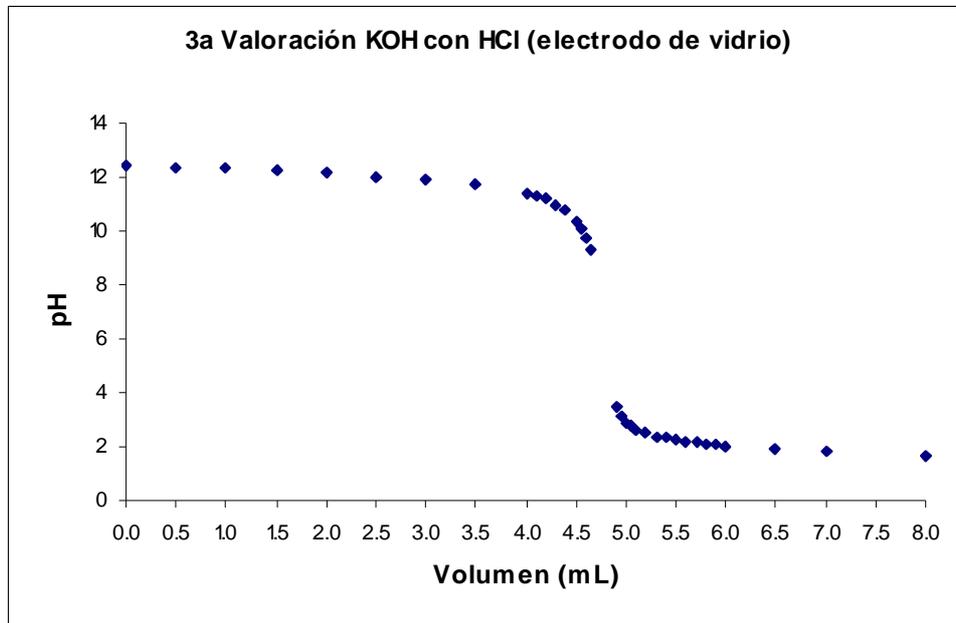


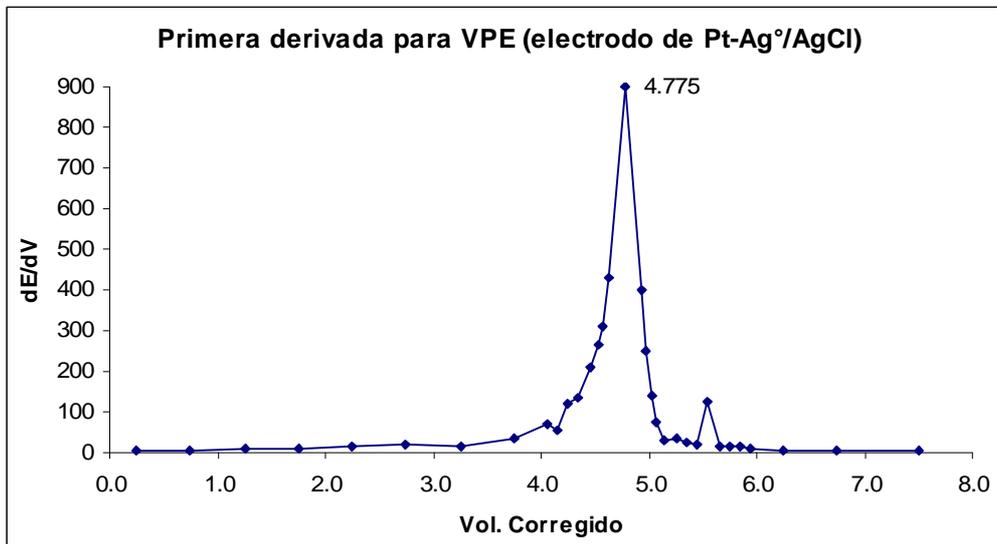
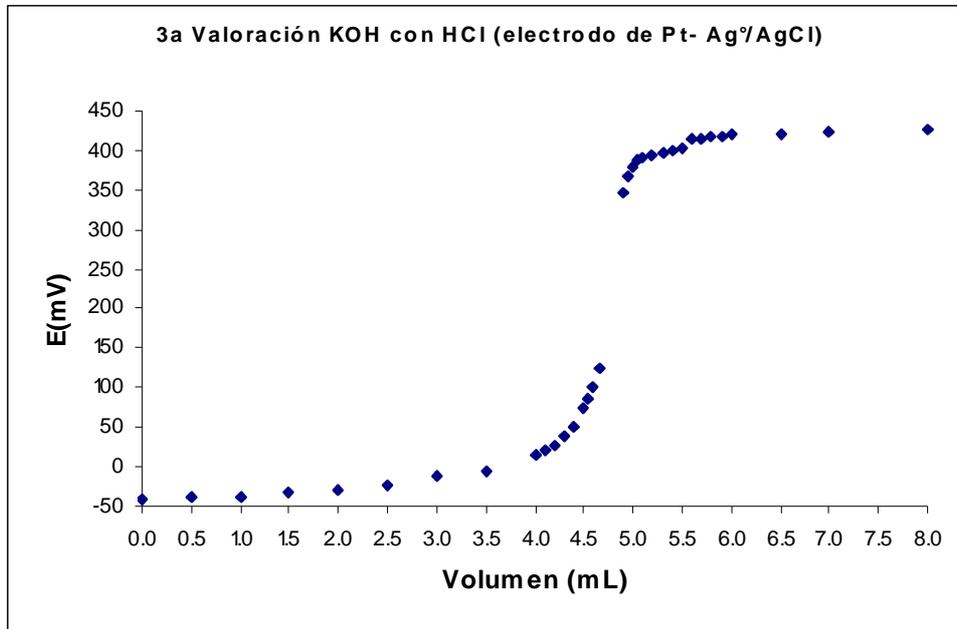
2ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – referencia (Ag <sup>o</sup> /AgCl)									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.49	0.50	-0.06	0.250	-0.12		-47.30	2.00	4.00
0.50	12.43	0.50	-0.09	0.750	-0.18		-45.30	3.90	7.80
1.00	12.34	0.50	-0.07	1.250	-0.14		-41.40	3.90	7.80
1.50	12.27	0.50	-0.09	1.750	-0.18		-37.50	5.70	11.40
2.00	12.18	0.50	-0.12	2.250	-0.24		-31.80	6.10	12.20
2.50	12.06	0.50	-0.14	2.750	-0.28		-25.70	7.80	15.60
3.00	11.92	0.50	-0.19	3.250	-0.38		-17.90	11.90	23.80
3.50	11.73	0.50	-0.32	3.750	-0.64		-6.00	16.20	32.40
4.00	11.41	0.10	-0.10	4.050	-1.00		10.20	6.00	60.00
4.10	11.31	0.10	-0.14	4.150	-1.40		16.20	7.00	70.00
4.20	11.17	0.10	-0.19	4.250	-1.90		23.20	12.20	122.00
4.30	10.98	0.10	-0.27	4.350	-2.70		35.40	12.20	122.00
4.40	10.71	0.10	-0.46	4.450	-4.60		47.60	22.90	229.00
4.50	10.25	0.05	-0.25	4.525	-5.00		70.50	10.50	210.00
4.55	10.00	0.05	-0.38	4.575	-7.60		81.00	11.60	232.00
4.60	9.62	0.05	-0.60	4.625	-12.00		92.60	20.20	404.00
4.65	9.02	0.30	-5.87	4.800	-19.57		112.80	250.40	834.67
4.95	3.15	0.05	-0.22	4.975	-4.40		363.20	16.30	326.00
5.00	2.93	0.05	-0.14	5.025	-2.80		379.50	9.90	198.00
5.05	2.79	0.05	-0.12	5.075	-2.40		389.40	11.60	232.00
5.10	2.67	0.10	-0.16	5.150	-1.60		401.00	9.00	90.00
5.20	2.51	0.10	-0.10	5.250	-1.00		410.00	9.60	96.00
5.30	2.41	0.10	-0.09	5.350	-0.90		419.60	5.20	52.00
5.40	2.32	0.10	-0.06	5.450	-0.60		424.80	2.40	24.00
5.50	2.26	0.10	-0.05	5.550	-0.50		427.20	2.00	20.00
5.60	2.21	0.10	-0.06	5.650	-0.60		429.20	3.10	31.00
5.70	2.15	0.10	-0.05	5.750	-0.50		432.30	1.50	15.00
5.80	2.10	0.10	-0.03	5.850	-0.30		433.80	0.70	7.00
5.90	2.07	0.10	-0.03	5.950	-0.30		434.50	1.10	11.00
6.00	2.04	0.50	-0.13	6.250	-0.26		435.60	2.10	4.20
6.50	1.91	0.50	-0.10	6.750	-0.20		437.70	8.50	17.00
7.00	1.81	1.00	-0.13	7.500	-0.13		446.20	8.80	8.80
8.00	1.68	-8.00	-1.68	4.000	0.21		455.00	-455.00	56.88



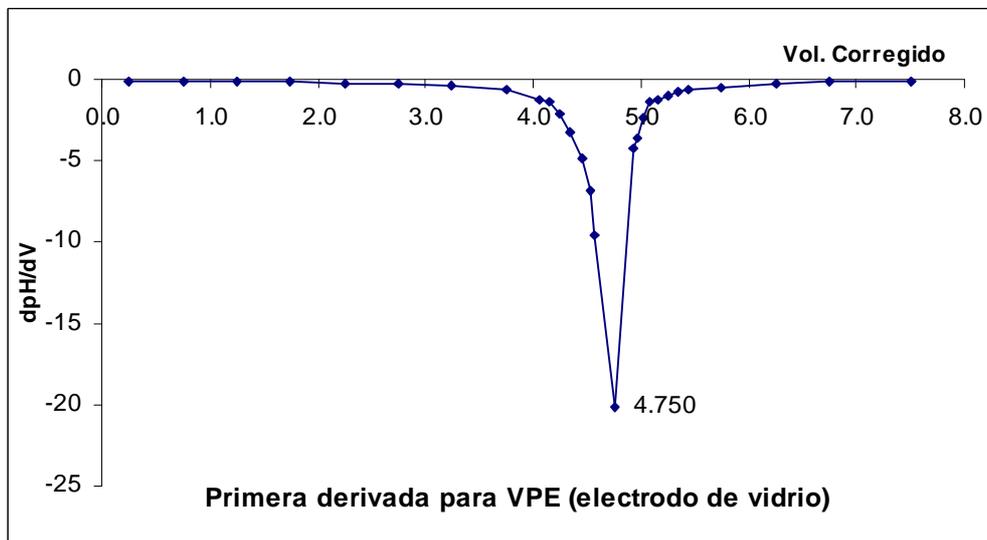
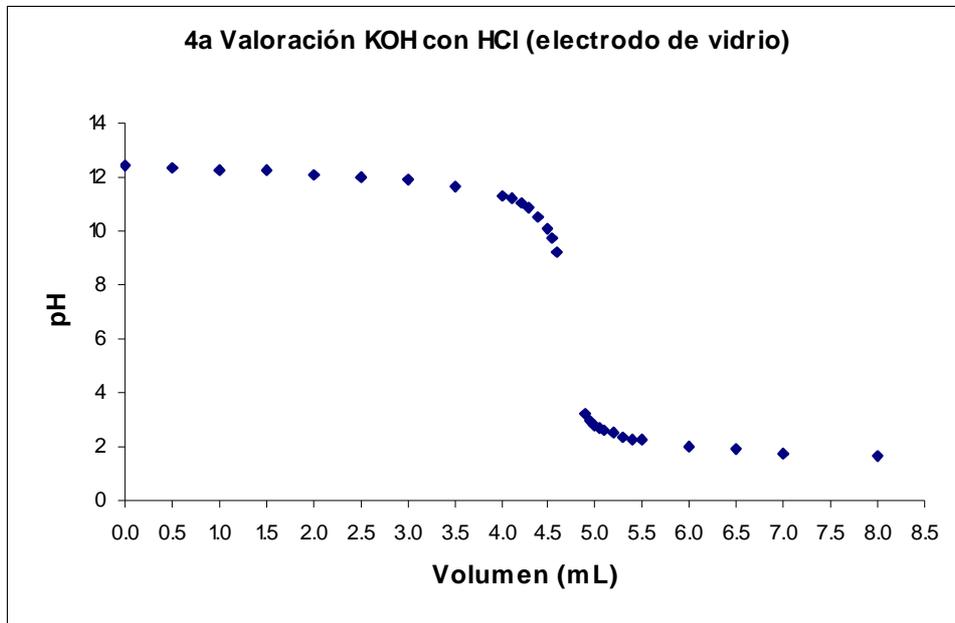


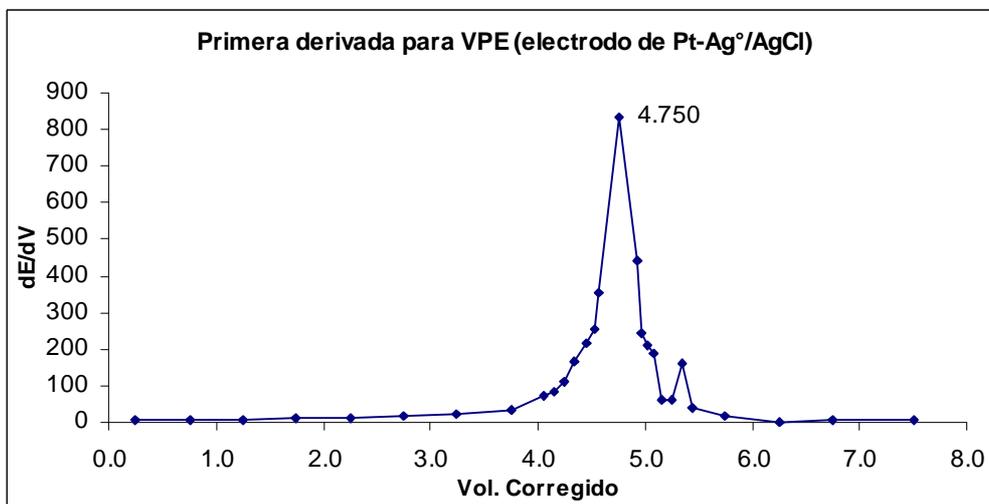
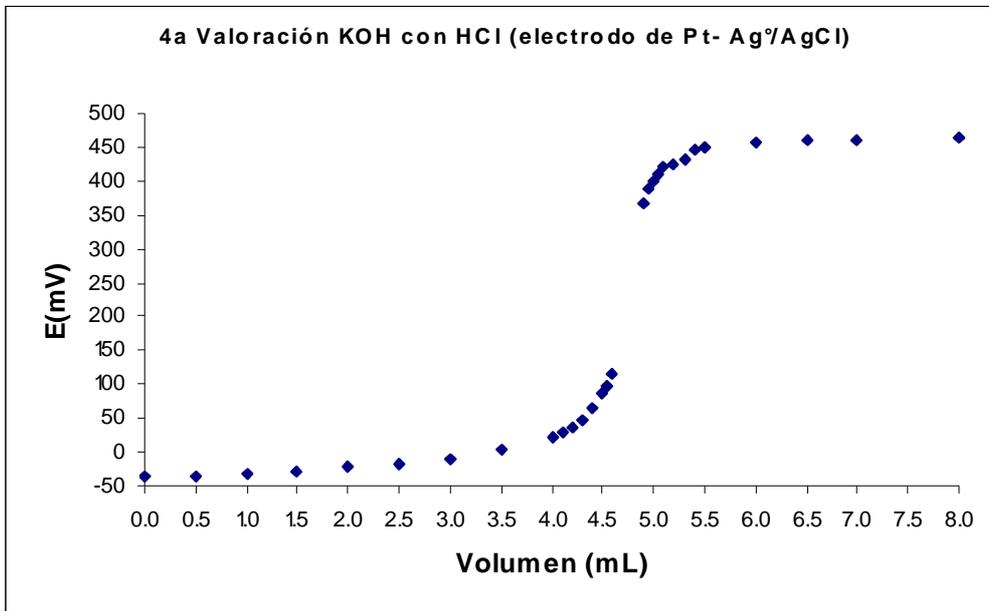
3ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – referencia (Ag <sup>o</sup> /AgCl)									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.42	0.50	-0.05	0.250	-0.10		-41.20	2.00	4.00
0.50	12.37	0.50	-0.06	0.750	-0.12		-39.20	2.30	4.60
1.00	12.31	0.50	-0.08	1.250	-0.16		-36.90	4.10	8.20
1.50	12.23	0.50	-0.08	1.750	-0.16		-32.80	3.80	7.60
2.00	12.15	0.50	-0.12	2.250	-0.24		-29.00	7.10	14.20
2.50	12.03	0.50	-0.14	2.750	-0.28		-21.90	10.20	20.40
3.00	11.89	0.50	-0.17	3.250	-0.34		-11.70	7.00	14.00
3.50	11.72	0.50	-0.33	3.750	-0.66		-4.70	18.50	37.00
4.00	11.39	0.10	-0.08	4.050	-0.80		13.80	7.20	72.00
4.10	11.31	0.10	-0.13	4.150	-1.30		21.00	5.70	57.00
4.20	11.18	0.10	-0.20	4.250	-2.00		26.70	11.80	118.00
4.30	10.98	0.10	-0.23	4.350	-2.30		38.50	13.30	133.00
4.40	10.75	0.10	-0.42	4.450	-4.20		51.80	21.00	210.00
4.50	10.33	0.05	-0.23	4.525	-4.60		72.80	13.30	266.00
4.55	10.10	0.05	-0.35	4.575	-7.00		86.10	15.60	312.00
4.60	9.75	0.05	-0.48	4.625	-9.60		101.70	21.50	430.00
4.65	9.27	0.25	-5.76	4.775	-23.04		123.20	224.50	898.00
4.90	3.51	0.05	-0.41	4.925	-8.20		347.70	20.10	402.00
4.95	3.10	0.05	-0.22	4.975	-4.40		367.80	12.40	248.00
5.00	2.88	0.05	-0.13	5.025	-2.60		380.20	6.90	138.00
5.05	2.75	0.05	-0.10	5.075	-2.00		387.10	3.70	74.00
5.10	2.65	0.10	-0.15	5.150	-1.50		390.80	2.90	29.00
5.20	2.50	0.10	-0.11	5.250	-1.10		393.70	3.60	36.00
5.30	2.39	0.10	-0.07	5.350	-0.70		397.30	2.40	24.00
5.40	2.32	0.10	-0.07	5.450	-0.70		399.70	1.80	18.00
5.50	2.25	0.10	-0.06	5.550	-0.60		401.50	12.50	125.00
5.60	2.19	0.10	-0.04	5.650	-0.40		414.00	1.70	17.00
5.70	2.15	0.10	-0.06	5.750	-0.60		415.70	1.50	15.00
5.80	2.09	0.10	-0.04	5.850	-0.40		417.20	1.70	17.00
5.90	2.05	0.10	-0.04	5.950	-0.40		418.90	0.90	9.00
6.00	2.01	0.50	-0.14	6.250	-0.28		419.80	1.90	3.80
6.50	1.87	0.50	-0.08	6.750	-0.16		421.70	1.60	3.20
7.00	1.79	1.00	-0.14	7.500	-0.14		423.30	3.70	3.70
8.00	1.65	-8.00	-1.65	4.000	0.21		427.00	-427.00	53.38



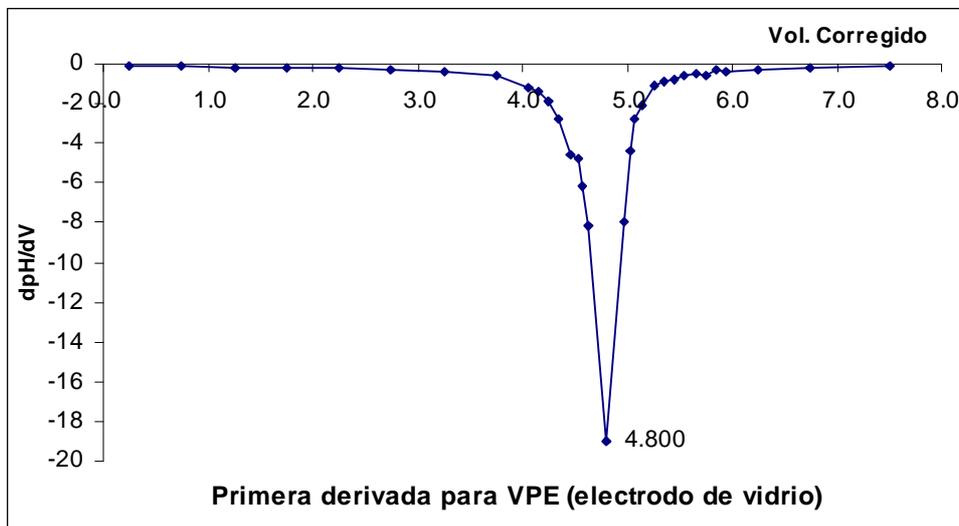
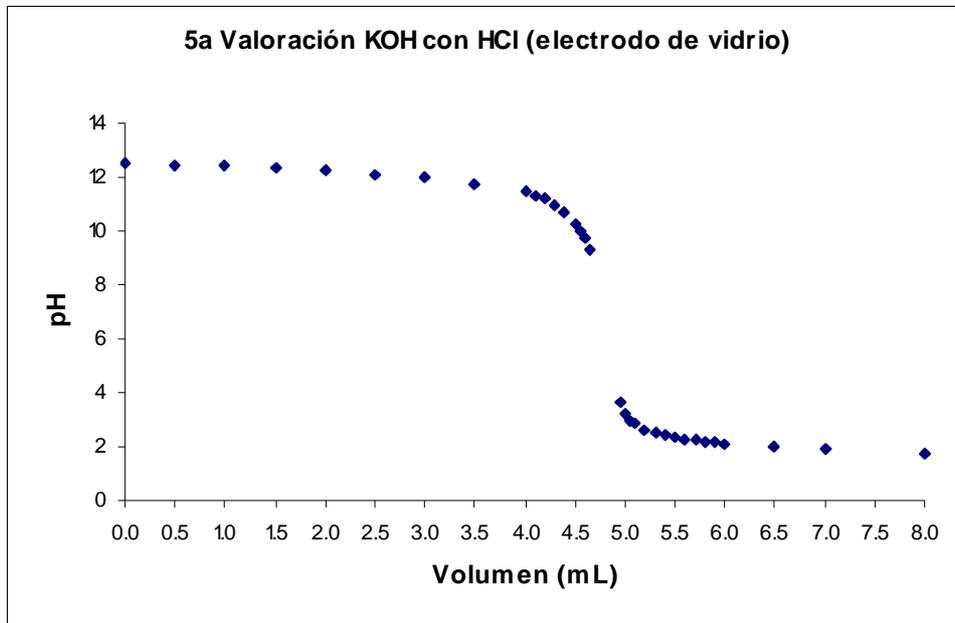


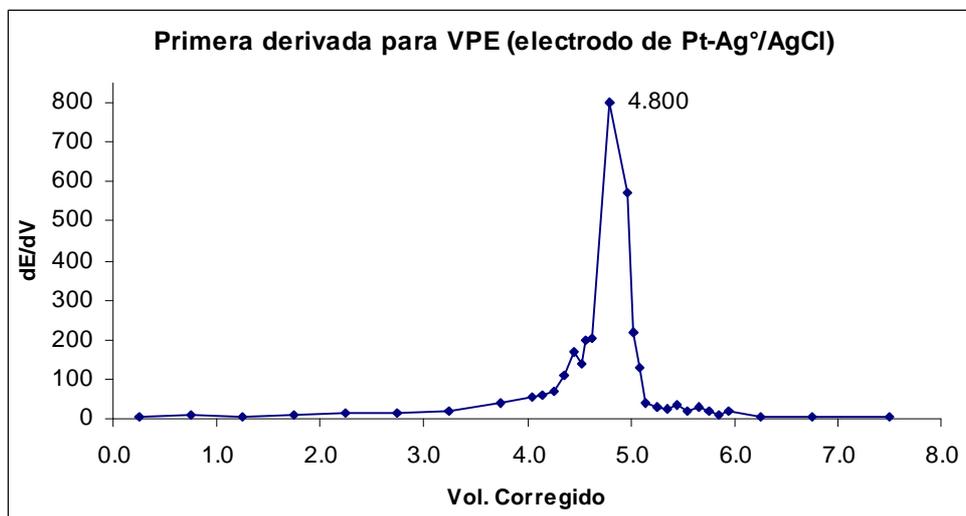
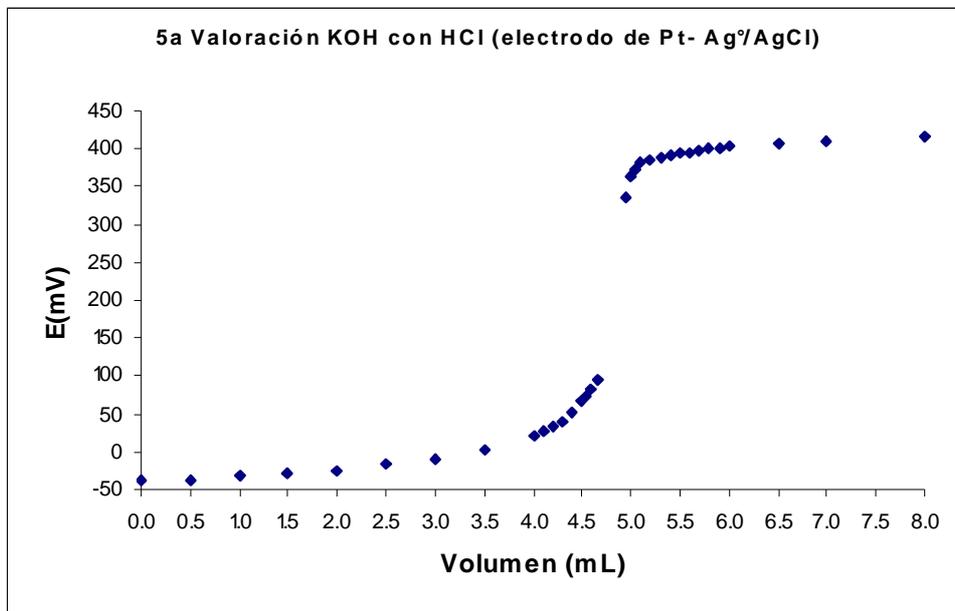
4ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – referencia (Ag <sup>o</sup> /AgCl)									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.43	0.50	-0.06	0.250	-0.12		-37.30	1.70	3.40
0.50	12.37	0.50	-0.07	0.750	-0.14		-35.60	3.30	6.60
1.00	12.30	0.50	-0.08	1.250	-0.16		-32.30	3.80	7.60
1.50	12.22	0.50	-0.09	1.750	-0.18		-28.50	5.70	11.40
2.00	12.13	0.50	-0.12	2.250	-0.24		-22.80	6.60	13.20
2.50	12.01	0.50	-0.13	2.750	-0.26		-16.20	7.40	14.80
3.00	11.88	0.50	-0.21	3.250	-0.42		-8.80	11.80	23.60
3.50	11.67	0.50	-0.33	3.750	-0.66		3.00	17.40	34.80
4.00	11.34	0.10	-0.12	4.050	-1.20		20.40	7.40	74.00
4.10	11.22	0.10	-0.14	4.150	-1.40		27.80	8.20	82.00
4.20	11.08	0.10	-0.21	4.250	-2.10		36.00	11.00	110.00
4.30	10.87	0.10	-0.32	4.350	-3.20		47.00	16.60	166.00
4.40	10.55	0.10	-0.49	4.450	-4.90		63.60	21.30	213.00
4.50	10.06	0.05	-0.34	4.525	-6.80		84.90	12.60	252.00
4.55	9.72	0.05	-0.48	4.575	-9.60		97.50	17.60	352.00
4.60	9.24	0.30	-6.05	4.750	-20.17		115.10	250.10	833.67
4.90	3.19	0.05	-0.21	4.925	-4.20		365.20	22.00	440.00
4.95	2.98	0.05	-0.18	4.975	-3.60		387.20	12.20	244.00
5.00	2.80	0.05	-0.12	5.025	-2.40		399.40	10.50	210.00
5.05	2.68	0.05	-0.07	5.075	-1.40		409.90	9.25	185.00
5.10	2.61	0.10	-0.13	5.150	-1.30		419.15	6.25	62.50
5.20	2.48	0.10	-0.10	5.250	-1.00		425.40	5.80	58.00
5.30	2.38	0.10	-0.08	5.350	-0.80		431.20	15.80	158.00
5.40	2.30	0.10	-0.06	5.450	-0.60		447.00	4.00	40.00
5.50	2.24	0.50	-0.22	5.750	-0.44		451.00	7.30	14.60
6.00	2.02	0.50	-0.15	6.250	-0.30		458.30	1.20	2.40
6.50	1.87	0.50	-0.09	6.750	-0.18		459.50	1.80	3.60
7.00	1.78	1.00	-0.13	7.500	-0.13		461.30	3.70	3.70
8.00	1.65	-8.00	-1.65	4.000	0.21		465.00	-465.00	58.13



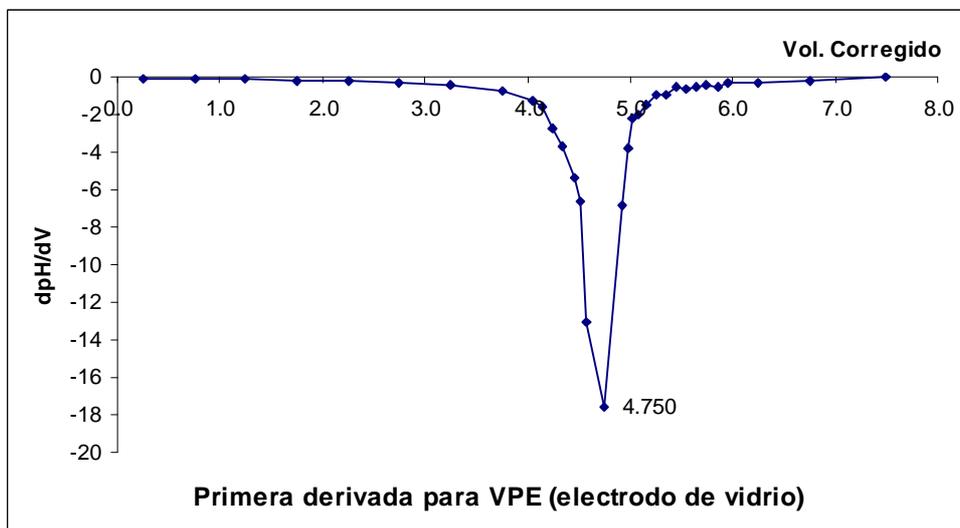
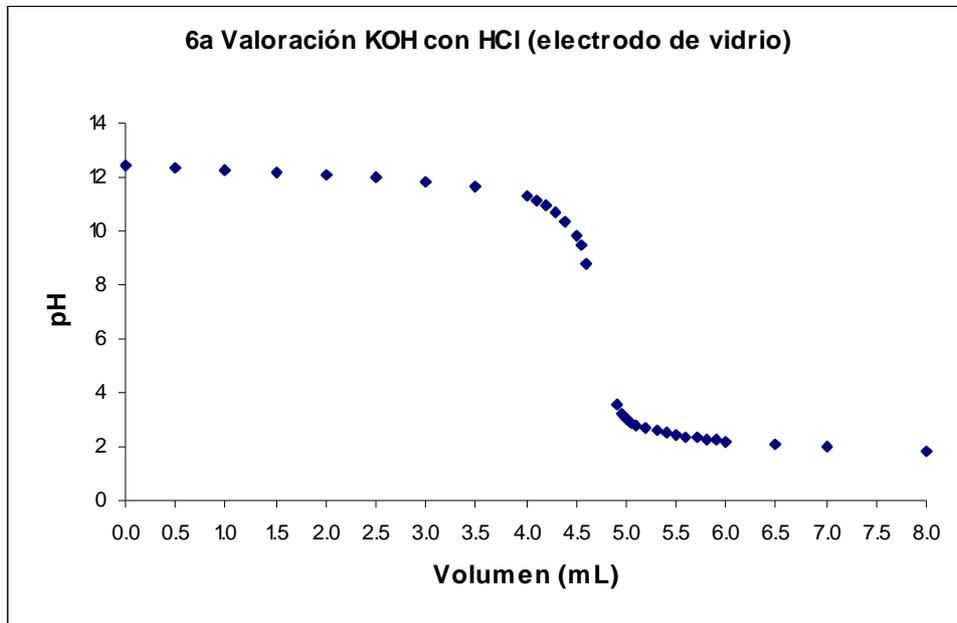


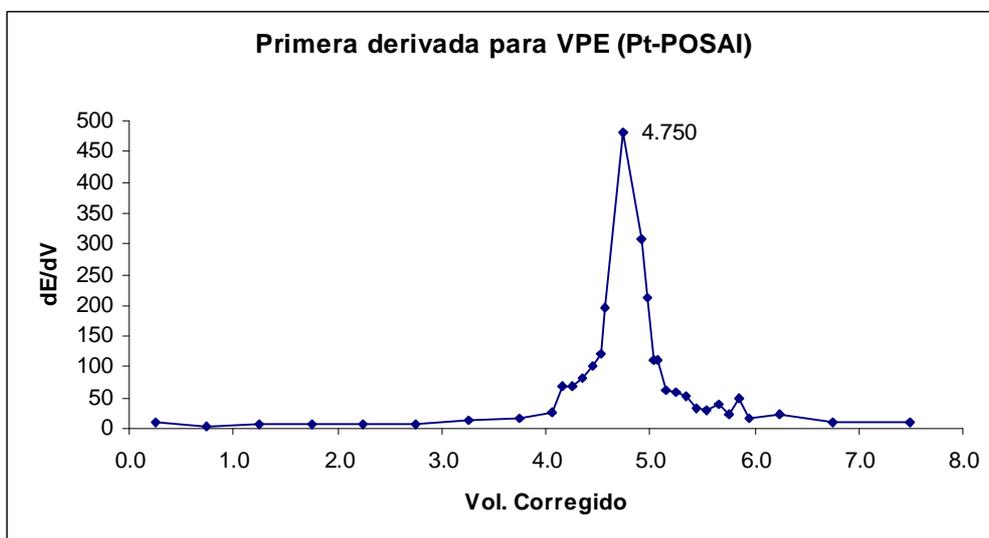
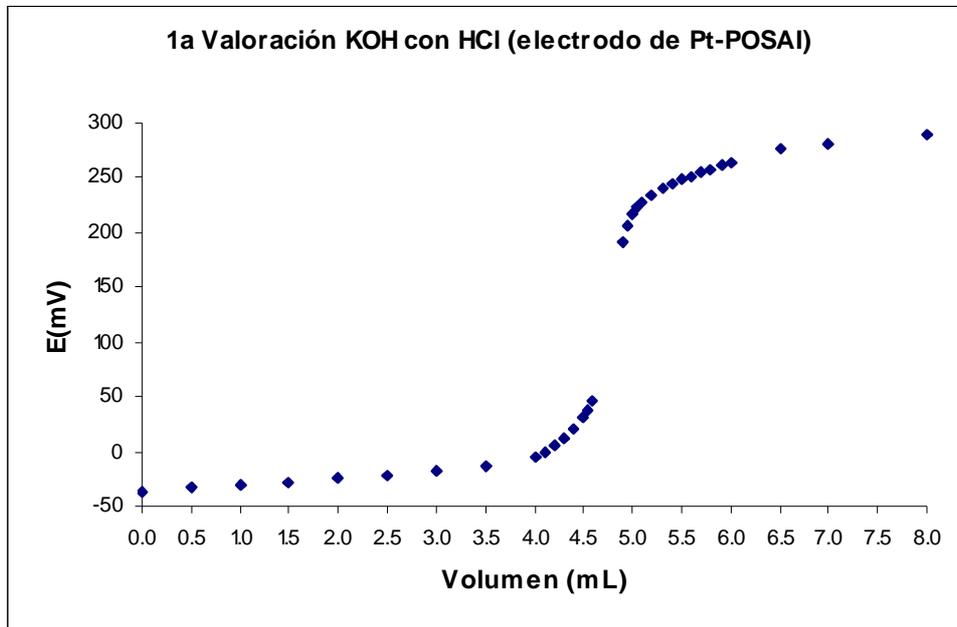
5ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – referencia (Ag°/AgCl)									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.52	0.50	-0.06	0.250	-0.12		-38.80	2.40	4.80
0.50	12.46	0.50	-0.06	0.750	-0.12		-36.40	4.20	8.40
1.00	12.40	0.50	-0.08	1.250	-0.16		-32.20	3.10	6.20
1.50	12.32	0.50	-0.10	1.750	-0.20		-29.10	5.20	10.40
2.00	12.22	0.50	-0.11	2.250	-0.22		-23.90	7.80	15.60
2.50	12.11	0.50	-0.14	2.750	-0.28		-16.10	6.90	13.80
3.00	11.97	0.50	-0.20	3.250	-0.40		-9.20	10.60	21.20
3.50	11.77	0.50	-0.32	3.750	-0.64		1.40	19.80	39.60
4.00	11.45	0.10	-0.12	4.050	-1.20		21.20	5.50	55.00
4.10	11.33	0.10	-0.14	4.150	-1.40		26.70	5.80	58.00
4.20	11.19	0.10	-0.19	4.250	-1.90		32.50	7.00	70.00
4.30	11.00	0.10	-0.28	4.350	-2.80		39.50	11.00	110.00
4.40	10.72	0.10	-0.46	4.450	-4.60		50.50	16.70	167.00
4.50	10.26	0.05	-0.24	4.525	-4.80		67.20	7.00	140.00
4.55	10.02	0.05	-0.31	4.575	-6.20		74.20	9.90	198.00
4.60	9.71	0.05	-0.41	4.625	-8.20		84.10	10.30	206.00
4.65	9.30	0.30	-5.69	4.800	-18.97		94.40	240.40	801.33
4.95	3.61	0.05	-0.40	4.975	-8.00		334.80	28.50	570.00
5.00	3.21	0.05	-0.22	5.025	-4.40		363.30	10.90	218.00
5.05	2.99	0.05	-0.14	5.075	-2.80		374.20	6.40	128.00
5.10	2.85	0.10	-0.21	5.150	-2.10		380.60	4.10	41.00
5.20	2.64	0.10	-0.11	5.250	-1.10		384.70	2.80	28.00
5.30	2.53	0.10	-0.09	5.350	-0.90		387.50	2.70	27.00
5.40	2.44	0.10	-0.08	5.450	-0.80		390.20	3.40	34.00
5.50	2.36	0.10	-0.06	5.550	-0.60		393.60	2.00	20.00
5.60	2.30	0.10	-0.05	5.650	-0.50		395.60	2.80	28.00
5.70	2.25	0.10	-0.06	5.750	-0.60		398.40	1.80	18.00
5.80	2.19	0.10	-0.03	5.850	-0.30		400.20	1.10	11.00
5.90	2.16	0.10	-0.04	5.950	-0.40		401.30	1.90	19.00
6.00	2.12	0.50	-0.15	6.250	-0.30		403.20	2.90	5.80
6.50	1.97	0.50	-0.10	6.750	-0.20		406.10	3.00	6.00
7.00	1.87	1.00	-0.13	7.500	-0.13		409.10	7.20	7.20
8.00	1.74	-8.00	-1.74	4.000	0.22		416.30	-416.30	52.04



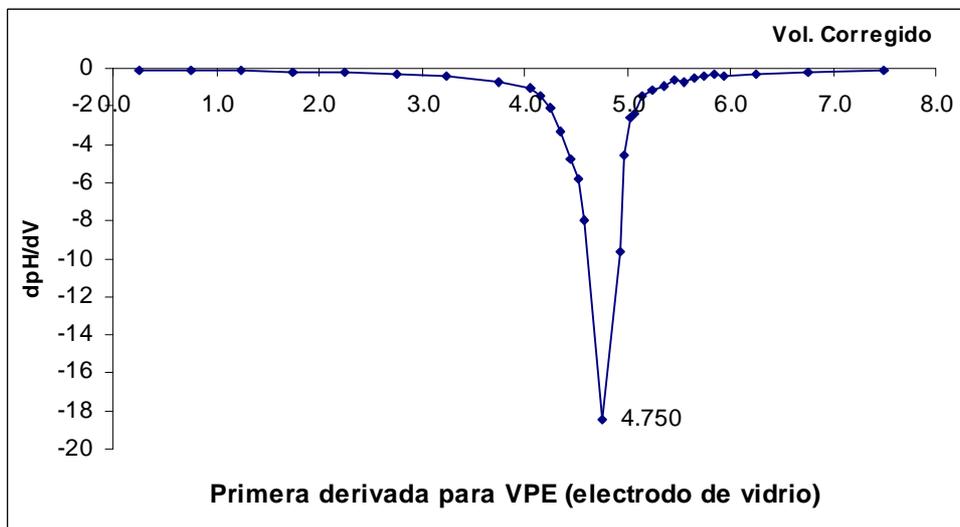
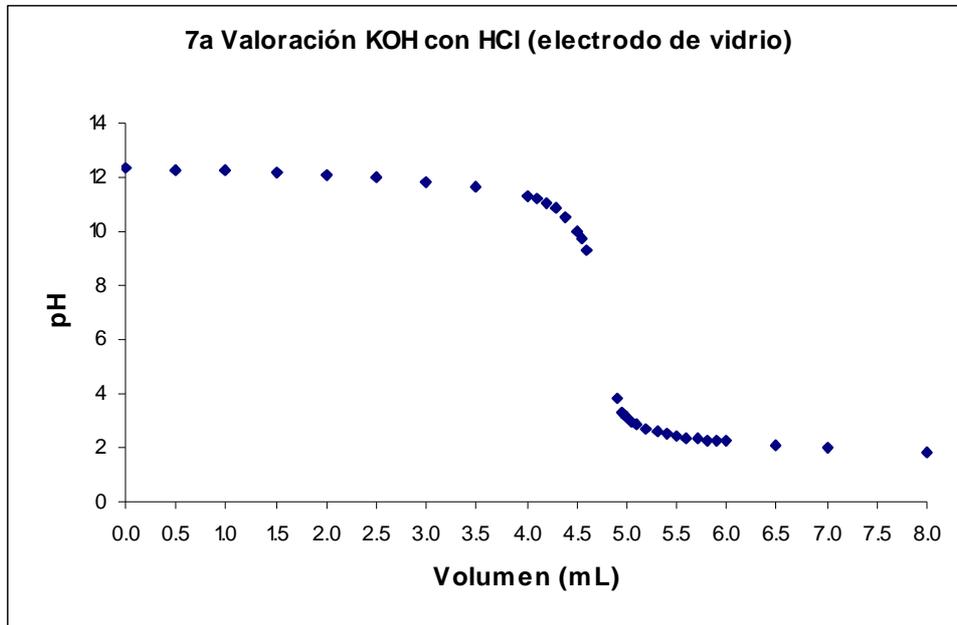


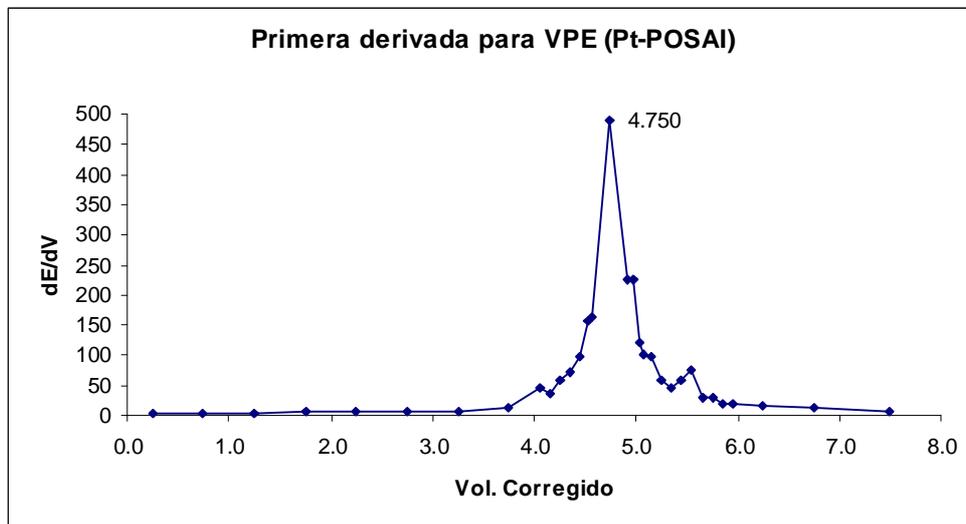
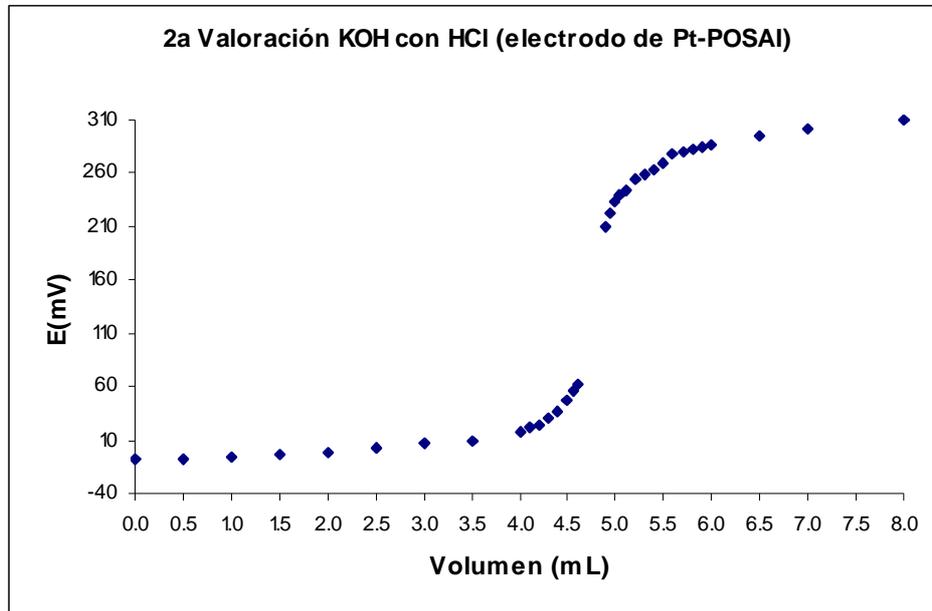
1ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – POSAI									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.41	0.50	-0.06	0.250	-0.12		-37.20	4.70	9.40
0.50	12.35	0.50	-0.07	0.750	-0.14		-32.50	2.10	4.20
1.00	12.28	0.50	-0.07	1.250	-0.14		-30.40	2.70	5.40
1.50	12.21	0.50	-0.11	1.750	-0.22		-27.70	2.60	5.20
2.00	12.10	0.50	-0.12	2.250	-0.24		-25.10	2.70	5.40
2.50	11.98	0.50	-0.14	2.750	-0.28		-22.40	3.60	7.20
3.00	11.84	0.50	-0.21	3.250	-0.42		-18.80	6.00	12.00
3.50	11.63	0.50	-0.36	3.750	-0.72		-12.80	8.50	17.00
4.00	11.27	0.10	-0.13	4.050	-1.30		-4.30	2.60	26.00
4.10	11.14	0.10	-0.16	4.150	-1.60		-1.70	6.90	69.00
4.20	10.98	0.10	-0.27	4.250	-2.70		5.20	6.90	69.00
4.30	10.71	0.10	-0.37	4.350	-3.70		12.10	8.10	81.00
4.40	10.34	0.10	-0.54	4.450	-5.40		20.20	10.20	102.00
4.50	9.80	0.05	-0.33	4.525	-6.60		30.40	6.10	122.00
4.55	9.47	0.05	-0.65	4.575	-13.00		36.50	9.80	196.00
4.60	8.82	0.30	-5.27	4.750	-17.57		46.30	144.40	481.33
4.90	3.55	0.05	-0.34	4.925	-6.80		190.70	15.30	306.00
4.95	3.21	0.05	-0.19	4.975	-3.80		206.00	10.70	214.00
5.00	3.02	0.05	-0.11	5.025	-2.20		216.70	5.50	110.00
5.05	2.91	0.05	-0.10	5.075	-2.00		222.20	5.60	112.00
5.10	2.81	0.10	-0.15	5.150	-1.50		227.80	6.30	63.00
5.20	2.66	0.10	-0.09	5.250	-0.90		234.10	5.80	58.00
5.30	2.57	0.10	-0.09	5.350	-0.90		239.90	5.30	53.00
5.40	2.48	0.10	-0.05	5.450	-0.50		245.20	3.30	33.00
5.50	2.43	0.10	-0.06	5.550	-0.60		248.50	2.90	29.00
5.60	2.37	0.10	-0.05	5.650	-0.50		251.40	4.00	40.00
5.70	2.32	0.10	-0.04	5.750	-0.40		255.40	2.30	23.00
5.80	2.28	0.10	-0.05	5.850	-0.50		257.70	4.80	48.00
5.90	2.23	0.10	-0.03	5.950	-0.30		262.50	1.70	17.00
6.00	2.20	0.50	-0.15	6.250	-0.30		264.20	11.60	23.20
6.50	2.05	0.50	-0.08	6.750	-0.16		275.80	4.60	9.20
7.00	1.97	1.00	-0.13	7.500	-0.13		280.40	8.90	8.90
8.00	1.84	-8.00	-1.84	4.000	0.23		289.30	-289.30	36.16



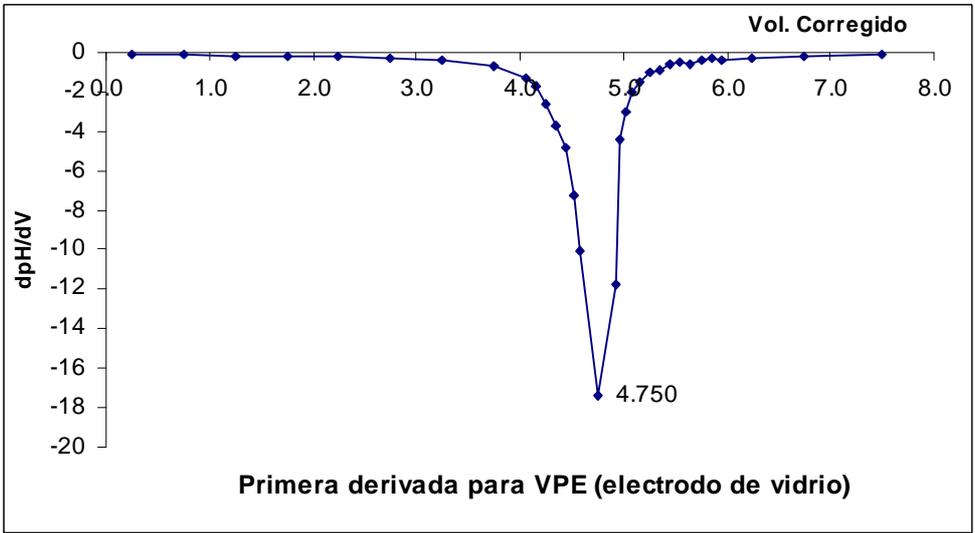
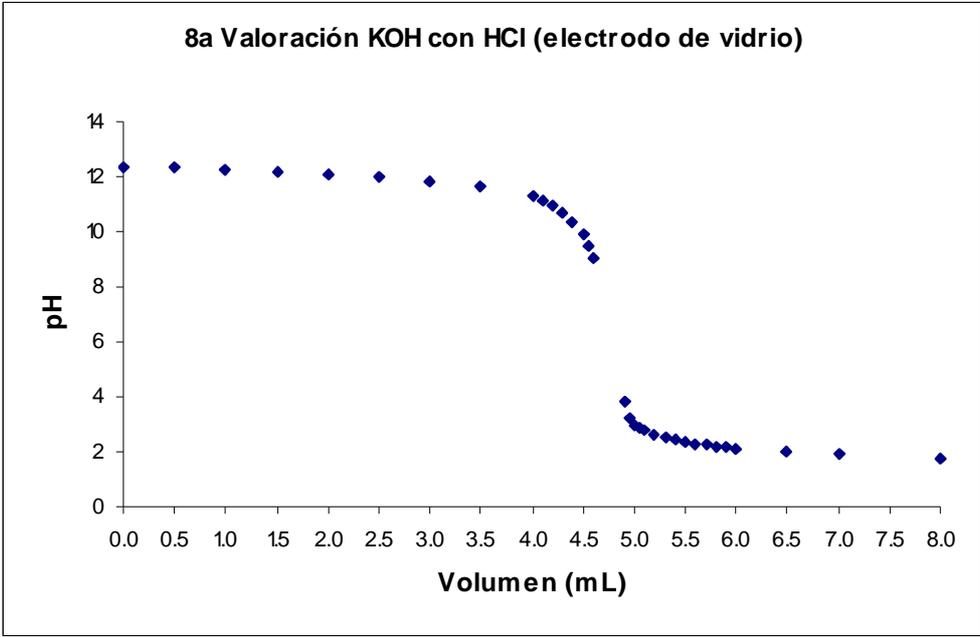


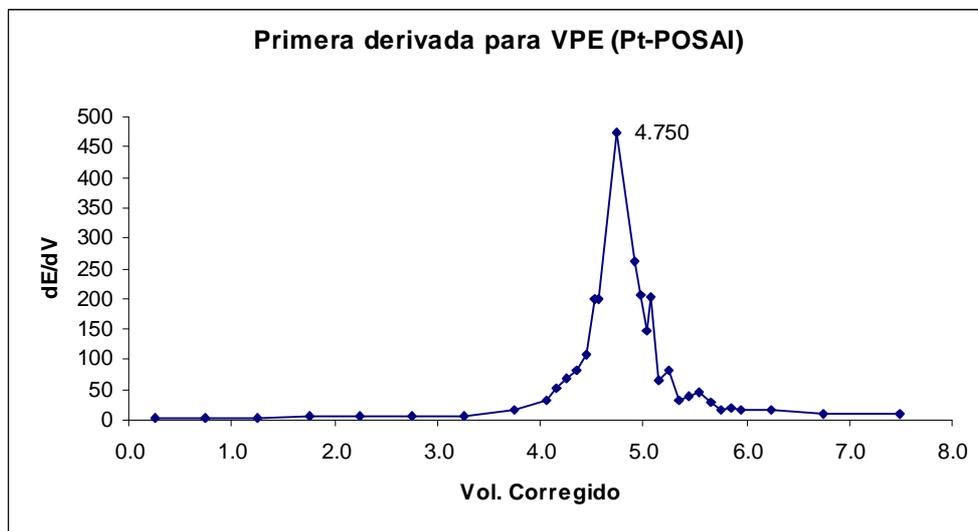
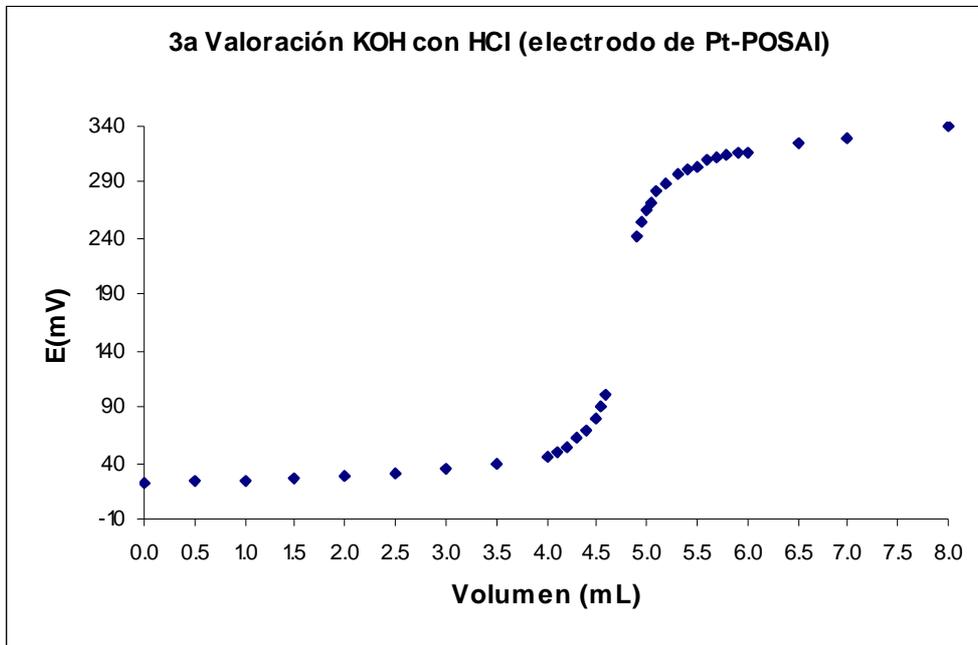
2ª valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – POSAI									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.31	0.50	-0.04	0.250	-0.08		-9.00	1.70	3.40
0.50	12.27	0.50	-0.05	0.750	-0.10		-7.30	1.60	3.20
1.00	12.22	0.50	-0.06	1.250	-0.12		-5.70	2.10	4.20
1.50	12.16	0.50	-0.09	1.750	-0.18		-3.60	2.70	5.40
2.00	12.07	0.50	-0.10	2.250	-0.20		-0.90	2.80	5.60
2.50	11.97	0.50	-0.14	2.750	-0.28		1.90	4.00	8.00
3.00	11.83	0.50	-0.19	3.250	-0.38		5.90	3.50	7.00
3.50	11.64	0.50	-0.34	3.750	-0.68		9.40	7.20	14.40
4.00	11.30	0.10	-0.10	4.050	-1.00		16.60	4.50	45.00
4.10	11.20	0.10	-0.15	4.150	-1.50		21.10	3.50	35.00
4.20	11.05	0.10	-0.21	4.250	-2.10		24.60	6.00	60.00
4.30	10.84	0.10	-0.33	4.350	-3.30		30.60	7.20	72.00
4.40	10.51	0.10	-0.48	4.450	-4.80		37.80	9.70	97.00
4.50	10.03	0.05	-0.29	4.525	-5.80		47.50	7.80	156.00
4.55	9.74	0.05	-0.40	4.575	-8.00		55.30	8.20	164.00
4.60	9.34	0.30	-5.53	4.750	-18.43		63.50	146.70	489.00
4.90	3.81	0.05	-0.48	4.925	-9.60		210.20	11.30	226.00
4.95	3.33	0.05	-0.23	4.975	-4.60		221.50	11.20	224.00
5.00	3.10	0.05	-0.13	5.025	-2.60		232.70	6.00	120.00
5.05	2.97	0.05	-0.12	5.075	-2.40		238.70	5.00	100.00
5.10	2.85	0.10	-0.14	5.150	-1.40		243.70	9.80	98.00
5.20	2.71	0.10	-0.11	5.250	-1.10		253.50	6.00	60.00
5.30	2.60	0.10	-0.09	5.350	-0.90		259.50	4.60	46.00
5.40	2.51	0.10	-0.06	5.450	-0.60		264.10	5.90	59.00
5.50	2.45	0.10	-0.07	5.550	-0.70		270.00	7.40	74.00
5.60	2.38	0.10	-0.05	5.650	-0.50		277.40	2.80	28.00
5.70	2.33	0.10	-0.04	5.750	-0.40		280.20	2.90	29.00
5.80	2.29	0.10	-0.03	5.850	-0.30		283.10	1.80	18.00
5.90	2.26	0.10	-0.04	5.950	-0.40		284.90	2.00	20.00
6.00	2.22	0.50	-0.14	6.250	-0.28		286.90	7.70	15.40
6.50	2.08	0.50	-0.09	6.750	-0.18		294.60	7.20	14.40
7.00	1.99	1.00	-0.13	7.500	-0.13		301.80	7.80	7.80
8.00	1.86	-8.00	-1.86	4.000	0.23		309.60	-309.60	38.70



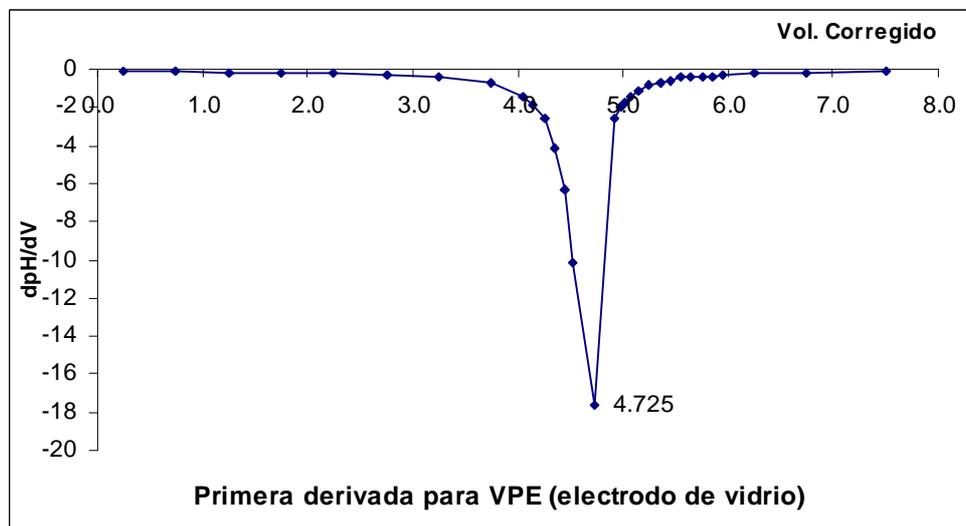
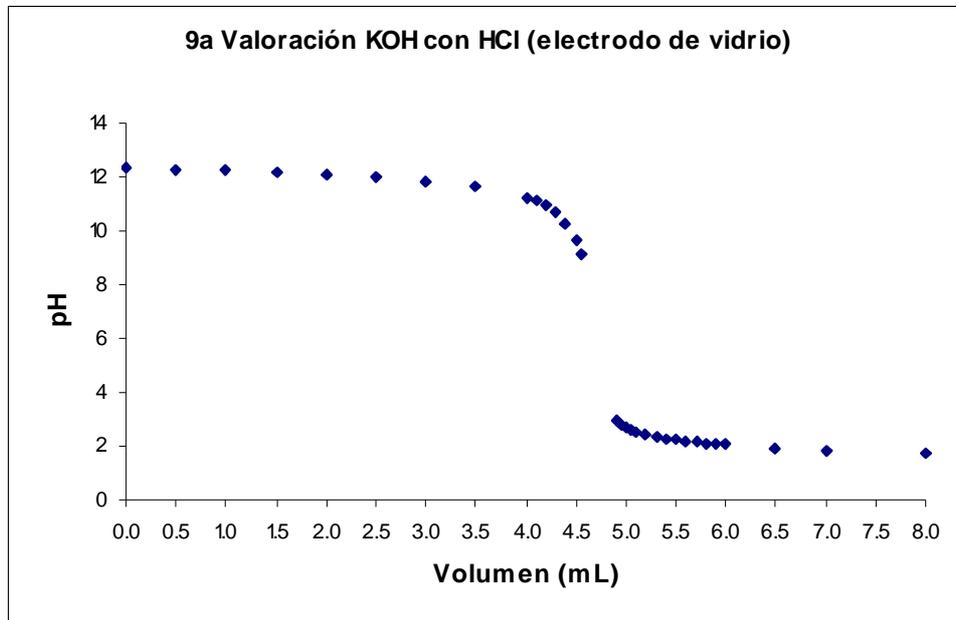


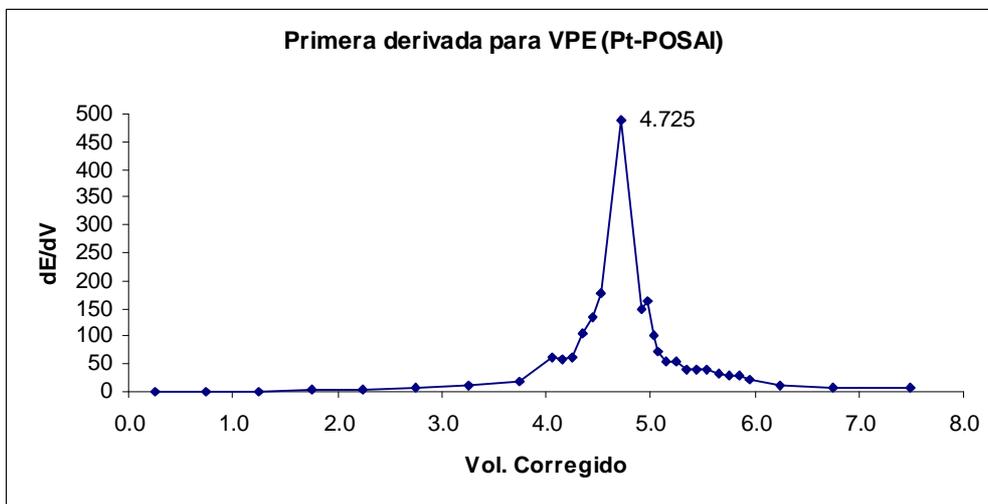
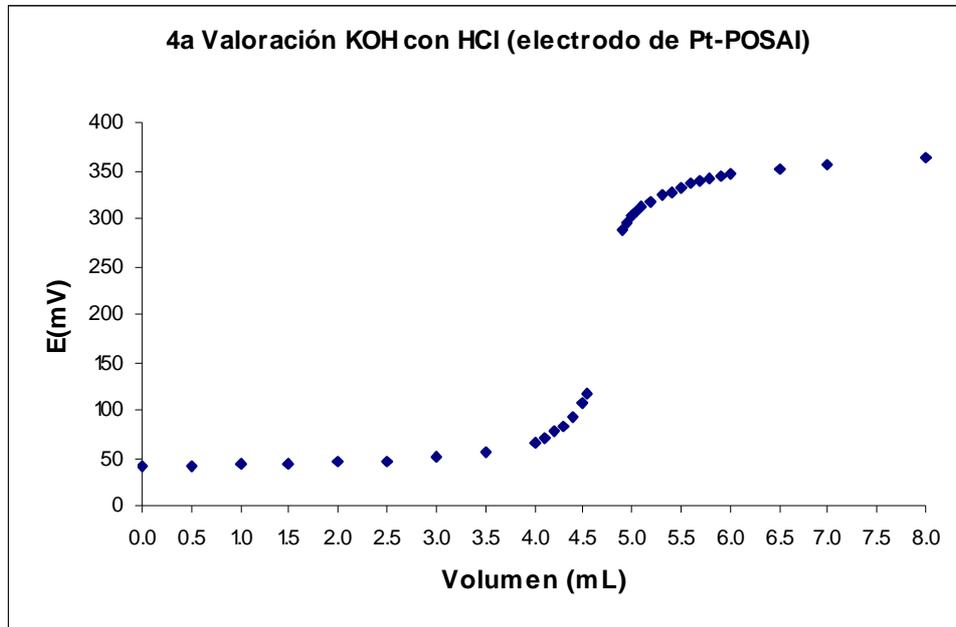
3ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – POSAI									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.37	0.50	-0.04	0.250	-0.08		21.80	1.40	2.80
0.50	12.33	0.50	-0.06	0.750	-0.12		23.20	1.20	2.40
1.00	12.27	0.50	-0.08	1.250	-0.16		24.40	1.10	2.20
1.50	12.19	0.50	-0.10	1.750	-0.20		25.50	2.60	5.20
2.00	12.09	0.50	-0.11	2.250	-0.22		28.10	2.50	5.00
2.50	11.98	0.50	-0.15	2.750	-0.30		30.60	3.90	7.80
3.00	11.83	0.50	-0.20	3.250	-0.40		34.50	3.80	7.60
3.50	11.63	0.50	-0.35	3.750	-0.70		38.30	8.00	16.00
4.00	11.28	0.10	-0.13	4.050	-1.30		46.30	3.40	34.00
4.10	11.15	0.10	-0.17	4.150	-1.70		49.70	5.10	51.00
4.20	10.98	0.10	-0.26	4.250	-2.60		54.80	6.70	67.00
4.30	10.72	0.10	-0.37	4.350	-3.70		61.50	8.20	82.00
4.40	10.35	0.10	-0.48	4.450	-4.80		69.70	10.80	108.00
4.50	9.87	0.05	-0.36	4.525	-7.20		80.50	10.00	200.00
4.55	9.51	0.05	-0.50	4.575	-10.00		90.50	9.90	198.00
4.60	9.01	0.30	-5.21	4.750	-17.37		100.40	141.70	472.33
4.90	3.80	0.05	-0.59	4.925	-11.80		242.10	13.00	260.00
4.95	3.21	0.05	-0.22	4.975	-4.40		255.10	10.30	206.00
5.00	2.99	0.05	-0.15	5.025	-3.00		265.40	7.30	146.00
5.05	2.84	0.05	-0.10	5.075	-2.00		272.70	10.20	204.00
5.10	2.74	0.10	-0.15	5.150	-1.50		282.90	6.50	65.00
5.20	2.59	0.10	-0.10	5.250	-1.00		289.40	8.10	81.00
5.30	2.49	0.10	-0.09	5.350	-0.90		297.50	3.20	32.00
5.40	2.40	0.10	-0.06	5.450	-0.60		300.70	3.90	39.00
5.50	2.34	0.10	-0.05	5.550	-0.50		304.60	4.70	47.00
5.60	2.29	0.10	-0.06	5.650	-0.60		309.30	2.90	29.00
5.70	2.23	0.10	-0.04	5.750	-0.40		312.20	1.50	15.00
5.80	2.19	0.10	-0.03	5.850	-0.30		313.70	2.00	20.00
5.90	2.16	0.10	-0.04	5.950	-0.40		315.70	1.50	15.00
6.00	2.12	0.50	-0.14	6.250	-0.28		317.20	7.40	14.80
6.50	1.98	0.50	-0.09	6.750	-0.18		324.60	5.50	11.00
7.00	1.89	1.00	-0.13	7.500	-0.13		330.10	9.70	9.70
8.00	1.76	-8.00	-1.76	4.000	0.22		339.80	-339.80	42.48



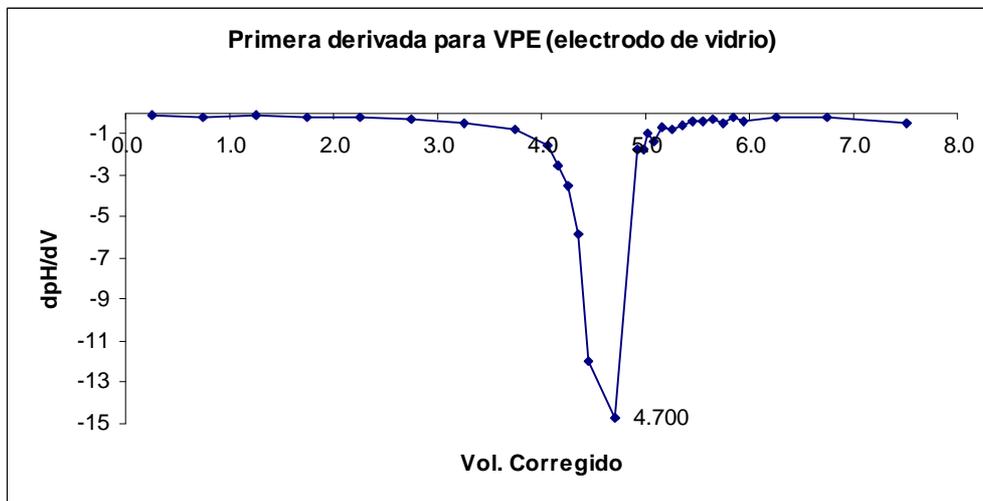
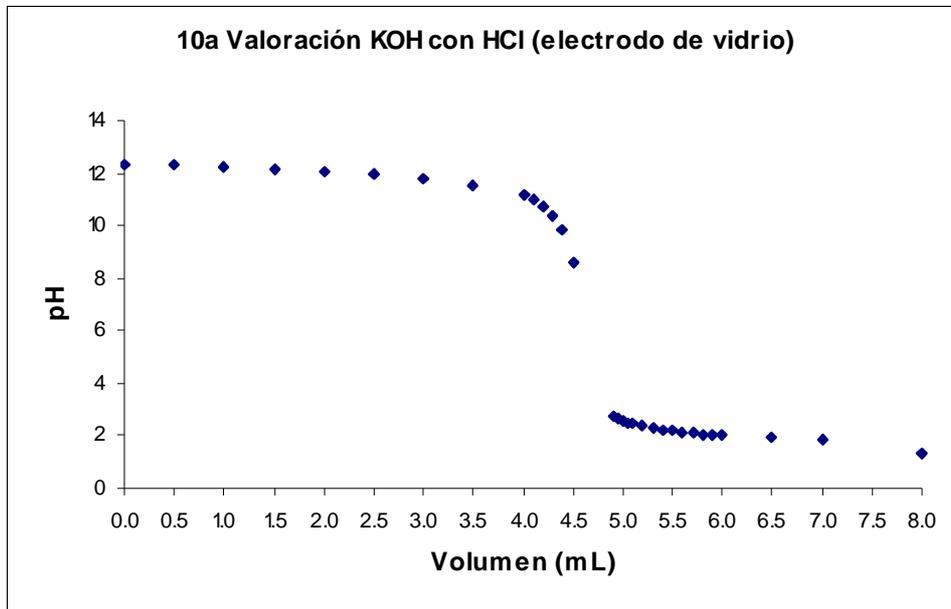


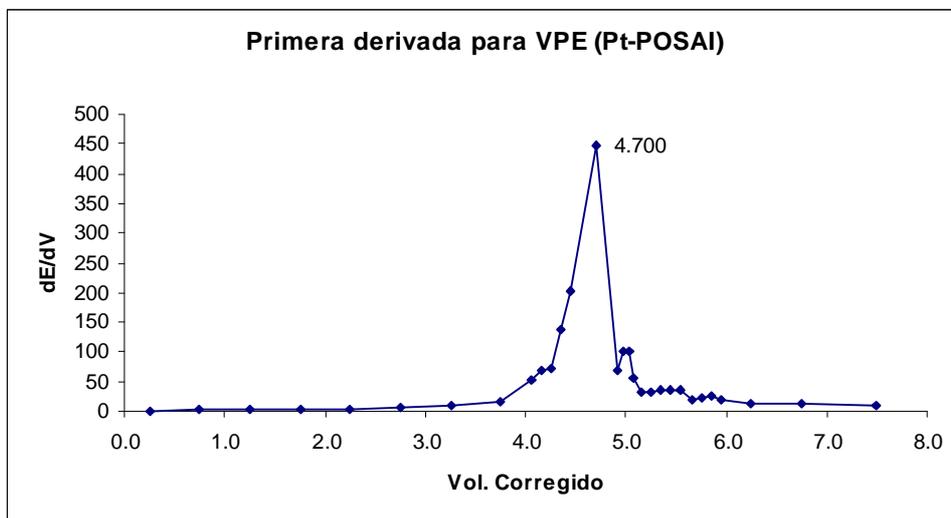
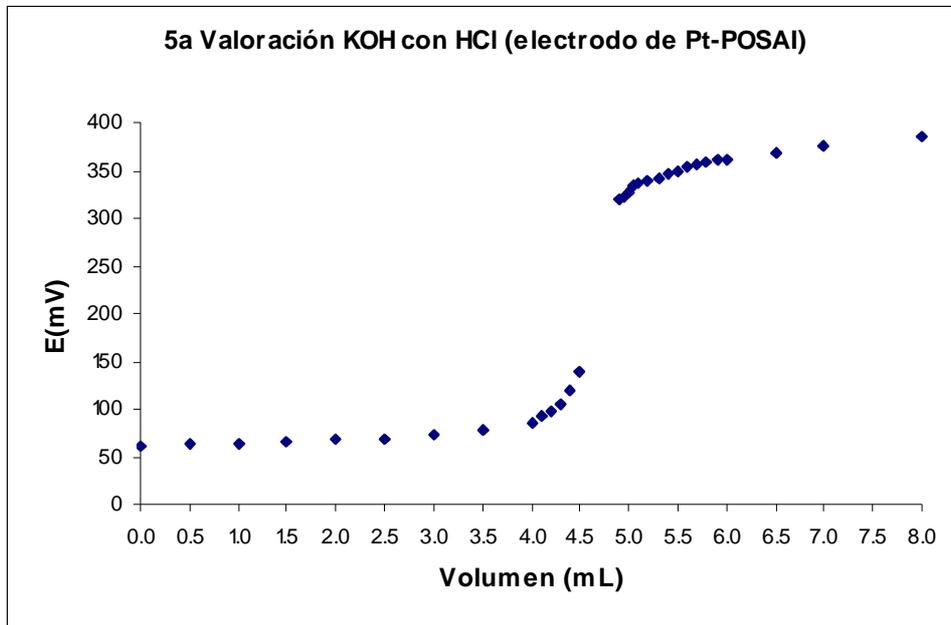
4ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo de vidrio y Pt – POSAI									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.36	0.50	-0.06	0.250	-0.12		42.60	-0.30	-0.60
0.50	12.30	0.50	-0.05	0.750	-0.10		42.30	0.90	1.80
1.00	12.25	0.50	-0.08	1.250	-0.16		43.20	0.70	1.40
1.50	12.17	0.50	-0.09	1.750	-0.18		43.90	1.60	3.20
2.00	12.08	0.50	-0.11	2.250	-0.22		45.50	2.00	4.00
2.50	11.97	0.50	-0.15	2.750	-0.30		47.50	3.80	7.60
3.00	11.82	0.50	-0.21	3.250	-0.42		51.30	5.00	10.00
3.50	11.61	0.50	-0.35	3.750	-0.70		56.30	8.80	17.60
4.00	11.26	0.10	-0.14	4.050	-1.40		65.10	6.10	61.00
4.10	11.12	0.10	-0.19	4.150	-1.90		71.20	5.80	58.00
4.20	10.93	0.10	-0.26	4.250	-2.60		77.00	6.30	63.00
4.30	10.67	0.10	-0.41	4.350	-4.10		83.30	10.50	105.00
4.40	10.26	0.10	-0.63	4.450	-6.30		93.80	13.50	135.00
4.50	9.63	0.05	-0.51	4.525	-10.20		107.30	8.80	176.00
4.55	9.12	0.35	-6.17	4.725	-17.63		116.10	171.70	490.57
4.90	2.95	0.05	-0.13	4.925	-2.60		287.80	7.50	150.00
4.95	2.82	0.05	-0.10	4.975	-2.00		295.30	8.10	162.00
5.00	2.72	0.05	-0.09	5.025	-1.80		303.40	5.10	102.00
5.05	2.63	0.05	-0.07	5.075	-1.40		308.50	3.60	72.00
5.10	2.56	0.10	-0.11	5.150	-1.10		312.10	5.60	56.00
5.20	2.45	0.10	-0.08	5.250	-0.80		317.70	5.60	56.00
5.30	2.37	0.10	-0.07	5.350	-0.70		323.30	4.00	40.00
5.40	2.30	0.10	-0.06	5.450	-0.60		327.30	4.00	40.00
5.50	2.24	0.10	-0.04	5.550	-0.40		331.30	4.10	41.00
5.60	2.20	0.10	-0.04	5.650	-0.40		335.40	3.10	31.00
5.70	2.16	0.10	-0.04	5.750	-0.40		338.50	2.90	29.00
5.80	2.12	0.10	-0.04	5.850	-0.40		341.40	3.00	30.00
5.90	2.08	0.10	-0.03	5.950	-0.30		344.40	2.00	20.00
6.00	2.05	0.50	-0.12	6.250	-0.24		346.40	5.70	11.40
6.50	1.93	0.50	-0.09	6.750	-0.18		352.10	4.40	8.80
7.00	1.84	1.00	-0.13	7.500	-0.13		356.50	7.20	7.20
8.00	1.71	-8.00	-1.71	4.000	0.21		363.70	-363.70	45.46



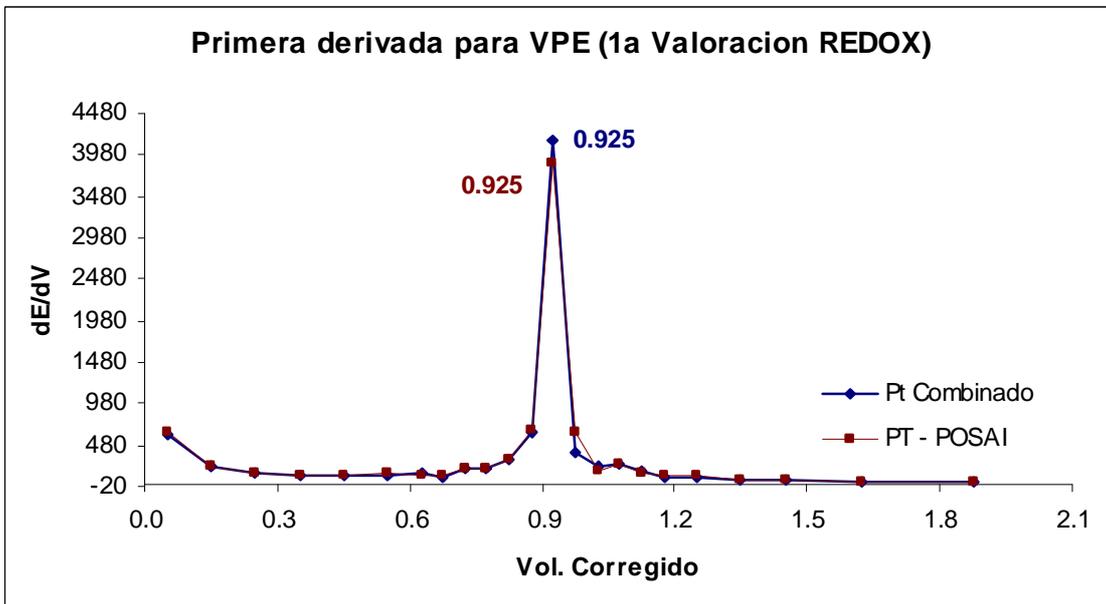
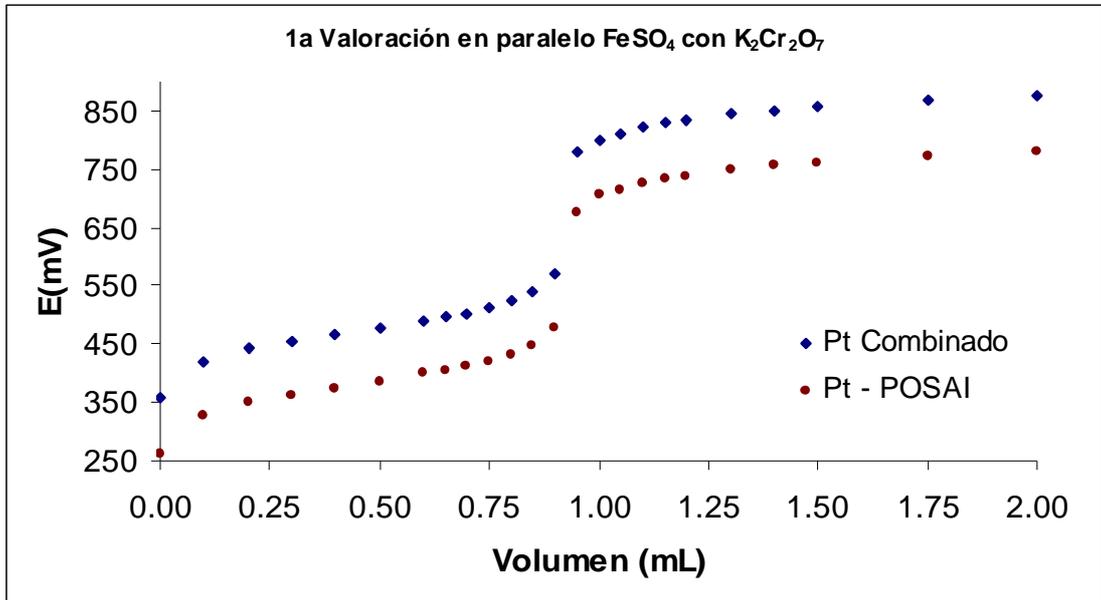


5ª Valoración									
Valoración en paralelo de KOH con HCl 0.1 N utilizando electrodo Pt - POSAI y electrodo de vidrio									
Volumen	pH	dV	dpH	Vol. Corregido	dpH / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	12.36	0.50	-0.07	0.250	-0.14		61.80	0.60	1.20
0.50	12.29	0.50	-0.08	0.750	-0.16		62.40	1.10	2.20
1.00	12.21	0.50	-0.07	1.250	-0.14		63.50	2.00	4.00
1.50	12.14	0.50	-0.10	1.750	-0.20		65.50	1.80	3.60
2.00	12.04	0.50	-0.11	2.250	-0.22		67.30	2.20	4.40
2.50	11.93	0.50	-0.15	2.750	-0.30		69.50	3.60	7.20
3.00	11.78	0.50	-0.22	3.250	-0.44		73.10	5.00	10.00
3.50	11.56	0.50	-0.40	3.750	-0.80		78.10	8.30	16.60
4.00	11.16	0.10	-0.16	4.050	-1.60		86.40	5.20	52.00
4.10	11.00	0.10	-0.25	4.150	-2.50		91.60	6.70	67.00
4.20	10.75	0.10	-0.35	4.250	-3.50		98.30	7.30	73.00
4.30	10.40	0.10	-0.58	4.350	-5.80		105.60	13.80	138.00
4.40	9.82	0.10	-1.20	4.450	-12.00		119.40	20.40	204.00
4.50	8.62	0.40	-5.87	4.700	-14.68		139.80	179.60	449.00
4.90	2.75	0.05	-0.09	4.925	-1.80		319.40	3.50	70.00
4.95	2.66	0.05	-0.09	4.975	-1.80		322.90	5.10	102.00
5.00	2.57	0.05	-0.05	5.025	-1.00		328.00	5.10	102.00
5.05	2.52	0.05	-0.07	5.075	-1.40		333.10	2.70	54.00
5.10	2.45	0.10	-0.07	5.150	-0.70		335.80	3.40	34.00
5.20	2.38	0.10	-0.08	5.250	-0.80		339.20	3.30	33.00
5.30	2.30	0.10	-0.06	5.350	-0.60		342.50	3.70	37.00
5.40	2.24	0.10	-0.04	5.450	-0.40		346.20	3.60	36.00
5.50	2.20	0.10	-0.04	5.550	-0.40		349.80	3.70	37.00
5.60	2.16	0.10	-0.03	5.650	-0.30		353.50	1.80	18.00
5.70	2.13	0.10	-0.05	5.750	-0.50		355.30	2.30	23.00
5.80	2.08	0.10	-0.02	5.850	-0.20		357.60	2.50	25.00
5.90	2.06	0.10	-0.04	5.950	-0.40		360.10	1.80	18.00
6.00	2.02	0.50	-0.10	6.250	-0.20		361.90	6.60	13.20
6.50	1.92	0.50	-0.09	6.750	-0.18		368.50	7.00	14.00
7.00	1.83	1.00	-0.53	7.500	-0.53		375.50	8.80	8.80
8.00	1.30	-8.00	-1.30	4.000	0.16		384.30	-384.30	48.04



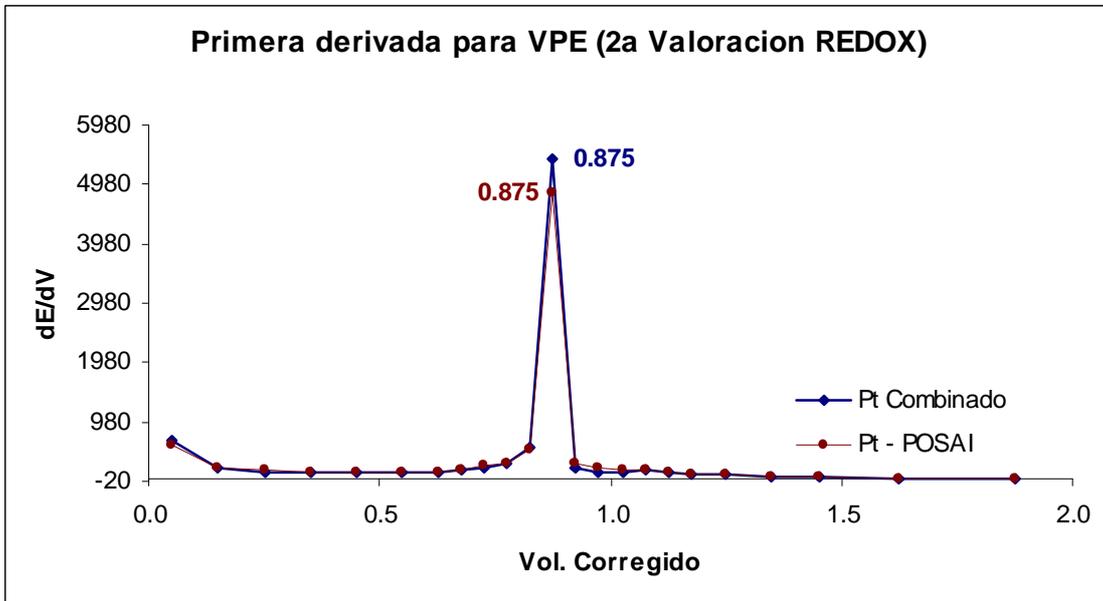
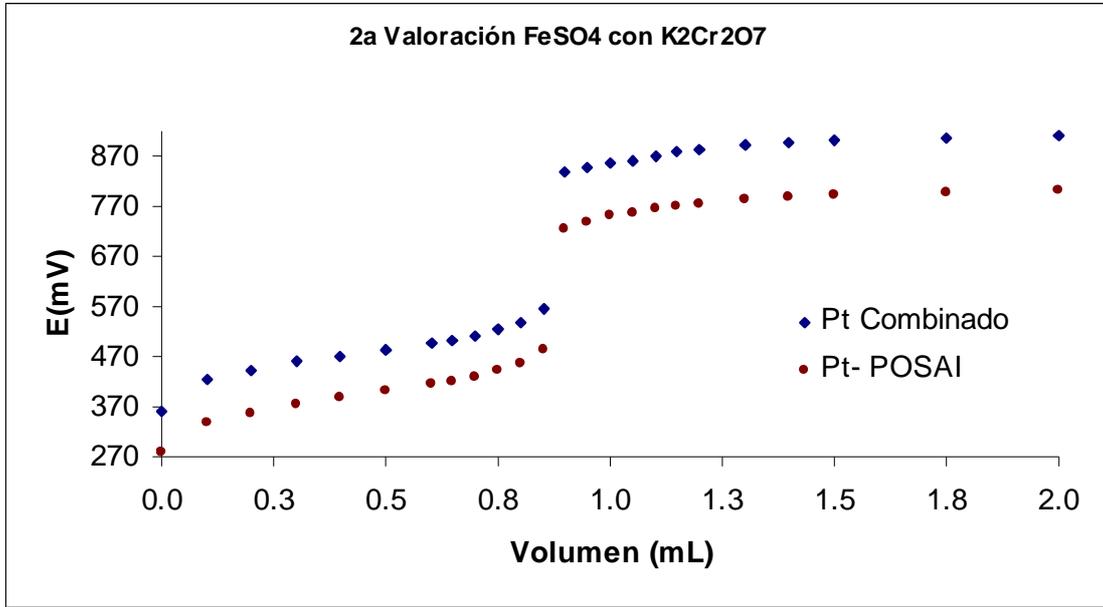


1ª Valoración REDOX									
Valoración en paralelo de FeSO <sub>4</sub> con K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> utilizando electrodo Pt-referencia (Ag°/AgCl) y Pt-POSAI									
Volumen	E(mV)	dV	dE	Vol. Corregido	dE / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	360.00	0.10	60.00	0.050	600.00		263.10	64.50	645.00
0.10	420.00	0.10	22.00	0.150	220.00		327.60	21.30	213.00
0.20	442.00	0.10	13.00	0.250	130.00		348.90	13.30	133.00
0.30	455.00	0.10	12.00	0.350	120.00		362.20	12.40	124.00
0.40	467.00	0.10	12.00	0.450	120.00		374.60	11.40	114.00
0.50	479.00	0.10	12.00	0.550	120.00		386.00	13.00	130.00
0.60	491.00	0.05	7.00	0.625	140.00		399.00	6.50	130.00
0.65	498.00	0.05	5.00	0.675	100.00		405.50	6.30	126.00
0.70	503.00	0.05	10.00	0.725	200.00		411.80	9.60	192.00
0.75	513.00	0.05	10.00	0.775	200.00		421.40	10.20	204.00
0.80	523.00	0.05	16.00	0.825	320.00		431.60	15.90	318.00
0.85	539.00	0.05	32.00	0.875	640.00		447.50	32.60	652.00
0.90	571.00	0.05	208.00	0.925	4160.00		480.10	194.10	3882.00
0.95	779.00	0.05	20.00	0.975	400.00		674.20	31.30	626.00
1.00	799.00	0.05	11.00	1.025	220.00		705.50	8.60	172.00
1.05	810.00	0.05	12.00	1.075	240.00		714.10	12.10	242.00
1.10	822.00	0.05	8.00	1.125	160.00		726.20	7.30	146.00
1.15	830.00	0.05	5.00	1.175	100.00		733.50	5.40	108.00
1.20	835.00	0.10	10.00	1.250	100.00		738.90	11.10	111.00
1.30	845.00	0.10	6.00	1.350	60.00		750.00	6.30	63.00
1.40	851.00	0.10	6.00	1.450	60.00		756.30	5.20	52.00
1.50	857.00	0.25	11.00	1.625	44.00		761.50	10.10	40.40
1.75	868.00	0.25	8.00	1.875	32.00		771.60	8.00	32.00
2.00	876.00	-2.00	-876.00	1.000	438.00		779.60	-779.60	389.80



## 2ª Valoración REDOX

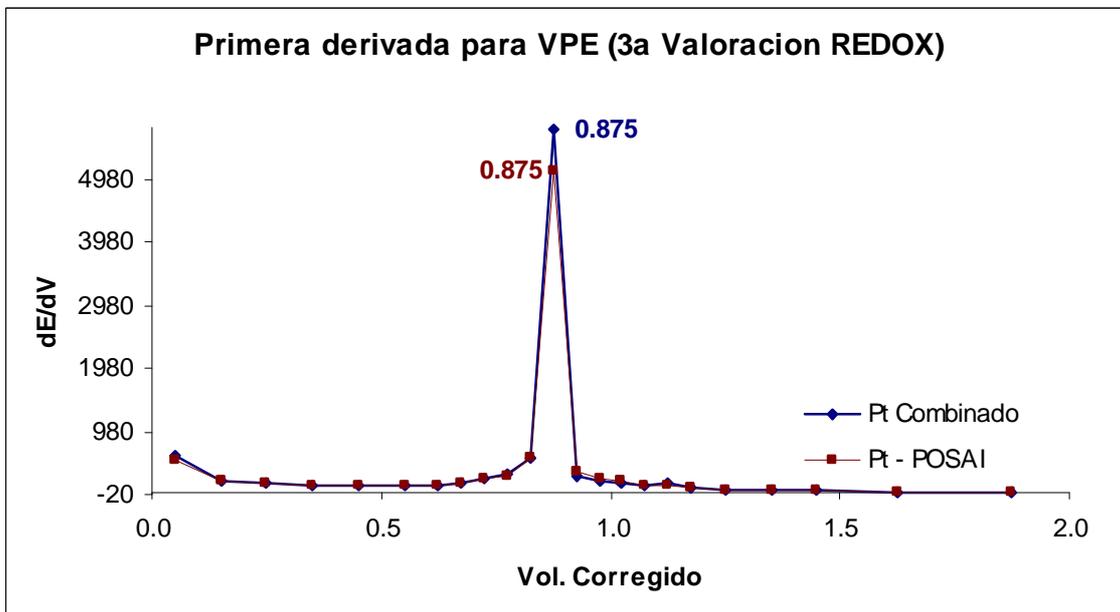
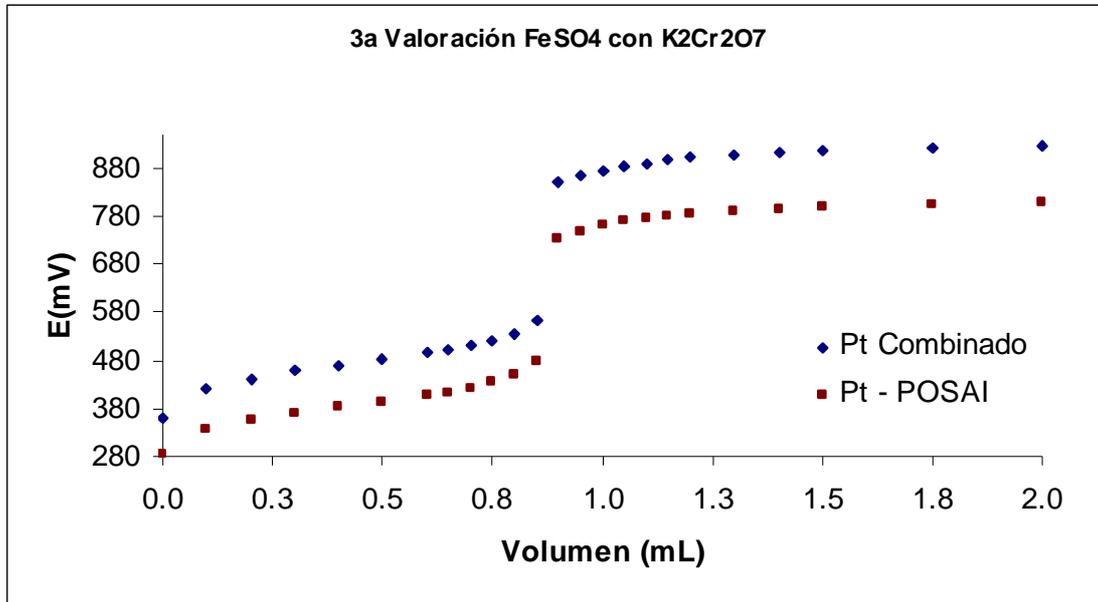
<b>Valoración en paralelo de FeSO<sub>4</sub> con K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> utilizando electrodo Pt-referencia (Ag°/AgCl) y Pt-POSAL</b>									
<b>Volumen</b>	<b>E(mV)</b>	<b>dV</b>	<b>dE</b>	<b>Vol. Corregido</b>	<b>dE / dV</b>		<b>E(mV)</b>	<b>dE</b>	<b>dE / dV</b>
0.00	361.00	0.10	65.00	0.050	650.00		277.80	60.60	606.00
0.10	426.00	0.10	19.00	0.150	190.00		338.40	20.10	201.00
0.20	445.00	0.10	15.00	0.250	150.00		358.50	15.20	152.00
0.30	460.00	0.10	12.00	0.350	120.00		373.70	12.60	126.00
0.40	472.00	0.10	12.00	0.450	120.00		386.30	13.70	137.00
0.50	484.00	0.10	14.00	0.550	140.00		400.00	14.10	141.00
0.60	498.00	0.05	6.00	0.625	120.00		414.10	7.10	142.00
0.65	504.00	0.05	8.00	0.675	160.00		421.20	9.10	182.00
0.70	512.00	0.05	11.00	0.725	220.00		430.30	12.00	240.00
0.75	523.00	0.05	15.00	0.775	300.00		442.30	15.00	300.00
0.80	538.00	0.05	28.00	0.825	560.00		457.30	26.10	522.00
0.85	566.00	0.05	271.00	0.875	5420.00		483.40	242.10	4842.00
0.90	837.00	0.05	11.00	0.925	220.00		725.50	14.70	294.00
0.95	848.00	0.05	7.00	0.975	140.00		740.20	9.50	190.00
1.00	855.00	0.05	6.00	1.025	120.00		749.70	7.60	152.00
1.05	861.00	0.05	9.00	1.075	180.00		757.30	7.80	156.00
1.10	870.00	0.05	7.00	1.125	140.00		765.10	6.20	124.00
1.15	877.00	0.05	5.00	1.175	100.00		771.30	4.00	80.00
1.20	882.00	0.10	10.00	1.250	100.00		775.30	7.50	75.00
1.30	892.00	0.10	5.00	1.350	50.00		782.80	4.80	48.00
1.40	897.00	0.10	4.00	1.450	40.00		787.60	3.90	39.00
1.50	901.00	0.25	6.00	1.625	24.00		791.50	5.80	23.20
1.75	907.00	0.25	5.00	1.875	20.00		797.30	5.00	20.00
2.00	912.00	-2.00	-912.00	1.000	456.00		802.30	-802.30	401.15



### 3ª Valoración REDOX

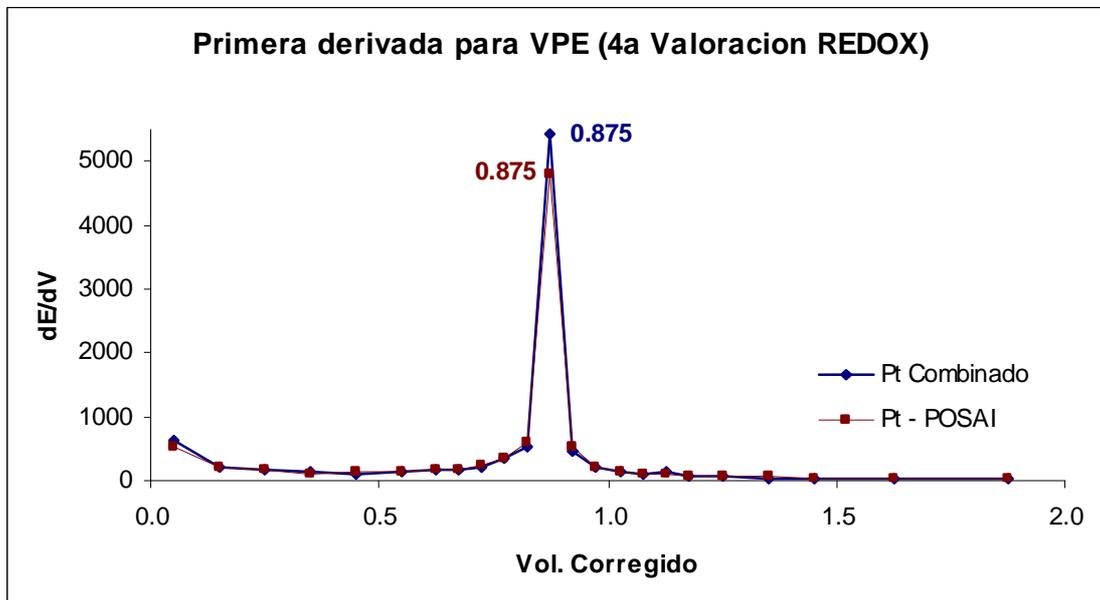
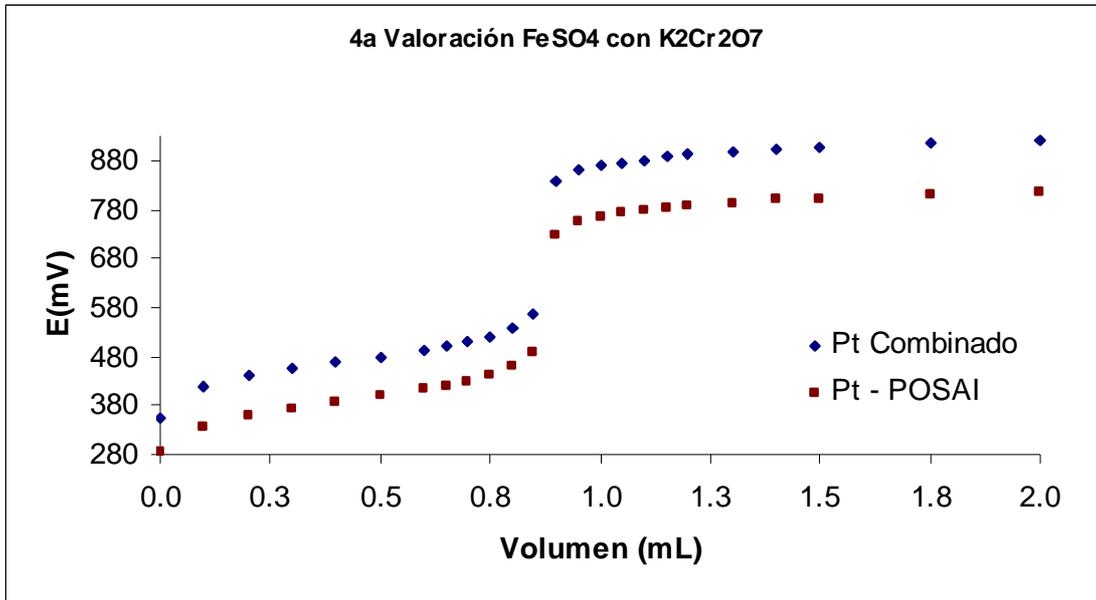
#### Valoración en paralelo de FeSO<sub>4</sub> con K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> utilizando electrodo Pt-referencia (Ag°/AgCl) y Pt-POSAI

Volumen	E(mV)	dV	dE	Vol. Corregido	dE / dV	E(mV)	dE	dE / dV
0.00	361.00	0.10	60.00	0.050	600.00	283.70	50.90	509.00
0.10	421.00	0.10	20.00	0.150	200.00	334.60	19.70	197.00
0.20	441.00	0.10	16.00	0.250	160.00	354.30	14.70	147.00
0.30	457.00	0.10	12.00	0.350	120.00	369.00	13.10	131.00
0.40	469.00	0.10	12.00	0.450	120.00	382.10	12.10	121.00
0.50	481.00	0.10	14.00	0.550	140.00	394.20	13.20	132.00
0.60	495.00	0.05	7.00	0.625	140.00	407.40	7.00	140.00
0.65	502.00	0.05	8.00	0.675	160.00	414.40	8.50	170.00
0.70	510.00	0.05	11.00	0.725	220.00	422.90	11.20	224.00
0.75	521.00	0.05	15.00	0.775	300.00	434.10	14.40	288.00
0.80	536.00	0.05	29.00	0.825	580.00	448.50	28.80	576.00
0.85	565.00	0.05	288.00	0.875	5760.00	477.30	254.70	5094.00
0.90	853.00	0.05	13.00	0.925	260.00	732.00	17.10	342.00
0.95	866.00	0.05	10.00	0.975	200.00	749.10	11.00	220.00
1.00	876.00	0.05	8.00	1.025	160.00	760.10	10.50	210.00
1.05	884.00	0.05	6.00	1.075	120.00	770.60	6.00	120.00
1.10	890.00	0.05	9.00	1.125	180.00	776.60	5.50	110.00
1.15	899.00	0.05	4.00	1.175	80.00	782.10	4.30	86.00
1.20	903.00	0.10	4.00	1.250	40.00	786.40	4.10	41.00
1.30	907.00	0.10	4.00	1.350	40.00	790.50	4.00	40.00
1.40	911.00	0.10	4.00	1.450	40.00	794.50	5.00	50.00
1.50	915.00	0.25	5.00	1.625	20.00	799.50	5.60	22.40
1.75	920.00	0.25	5.00	1.875	20.00	805.10	4.90	19.60
2.00	925.00	-2.00	-925.00	1.000	462.50	810.00	-810.00	405.00



#### 4ª Valoración REDOX

Valoración en paralelo de FeSO <sub>4</sub> con K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> utilizando electrodo Pt-referencia (Ag°/AgCl) y Pt-POSAL									
Volumen	E(mV)	dV	dE	Vol. Corregido	dE / dV		E(mV)	dE	dE / dV
0.00	355.00	0.10	64.00	0.050	640.00		284.50	52.70	527.00
0.10	419.00	0.10	21.00	0.150	210.00		337.20	19.60	196.00
0.20	440.00	0.10	16.00	0.250	160.00		356.80	17.10	171.00
0.30	456.00	0.10	13.00	0.350	130.00		373.90	12.20	122.00
0.40	469.00	0.10	11.00	0.450	110.00		386.10	13.10	131.00
0.50	480.00	0.10	13.00	0.550	130.00		399.20	13.10	131.00
0.60	493.00	0.05	8.00	0.625	160.00		412.30	8.30	166.00
0.65	501.00	0.05	9.00	0.675	180.00		420.60	9.20	184.00
0.70	510.00	0.05	11.00	0.725	220.00		429.80	12.70	254.00
0.75	521.00	0.05	17.00	0.775	340.00		442.50	17.10	342.00
0.80	538.00	0.05	27.00	0.825	540.00		459.60	29.60	592.00
0.85	565.00	0.05	271.00	0.875	5420.00		489.20	239.30	4786.00
0.90	836.00	0.05	23.00	0.925	460.00		728.50	25.70	514.00
0.95	859.00	0.05	10.00	0.975	200.00		754.20	10.90	218.00
1.00	869.00	0.05	7.00	1.025	140.00		765.10	7.40	148.00
1.05	876.00	0.05	5.00	1.075	100.00		772.50	5.90	118.00
1.10	881.00	0.05	7.00	1.125	140.00		778.40	5.80	116.00
1.15	888.00	0.05	3.00	1.175	60.00		784.20	3.50	70.00
1.20	891.00	0.10	6.00	1.250	60.00		787.70	5.60	56.00
1.30	897.00	0.10	5.00	1.350	50.00		793.30	5.90	59.00
1.40	902.00	0.10	4.00	1.450	40.00		799.20	3.30	33.00
1.50	906.00	0.25	8.00	1.625	32.00		802.50	7.50	30.00
1.75	914.00	0.25	6.00	1.875	24.00		810.00	5.20	20.80
2.00	920.00	-2.00	-920.00	1.000	460.00		815.20	-815.20	407.60



5ª Valoración REDOX								
Valoración en paralelo de FeSO <sub>4</sub> con K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> utilizando electrodo Pt-referencia (Ag°/AgCl) y Pt-POSAI								
Volumen	E(mV)	dV	dE	Vol. Corregido	dE / dV	E(mV)	dE	dE / dV
0.00	358.00	0.10	60.00	0.050	600.00	285.80	54.70	547.00
0.10	418.00	0.10	21.00	0.150	210.00	340.50	21.90	219.00
0.20	439.00	0.10	16.00	0.250	160.00	362.40	15.30	153.00
0.30	455.00	0.10	12.00	0.350	120.00	377.70	13.40	134.00
0.40	467.00	0.10	13.00	0.450	130.00	391.10	12.30	123.00
0.50	480.00	0.10	13.00	0.550	130.00	403.40	13.90	139.00
0.60	493.00	0.05	7.00	0.625	140.00	417.30	7.70	154.00
0.65	500.00	0.05	8.00	0.675	160.00	425.00	8.10	162.00
0.70	508.00	0.05	11.00	0.725	220.00	433.10	11.50	230.00
0.75	519.00	0.05	14.00	0.775	280.00	444.60	14.40	288.00
0.80	533.00	0.05	28.00	0.825	560.00	459.00	27.20	544.00
0.85	561.00	0.05	287.00	0.875	5740.00	486.20	244.00	4880.00
0.90	848.00	0.05	14.00	0.925	280.00	730.20	21.30	426.00
0.95	862.00	0.05	13.00	0.975	260.00	751.50	15.50	310.00
1.00	875.00	0.05	10.00	1.025	200.00	767.00	10.30	206.00
1.05	885.00	0.05	5.00	1.075	100.00	777.30	5.50	110.00
1.10	890.00	0.05	5.00	1.125	100.00	782.80	5.50	110.00
1.15	895.00	0.05	4.00	1.175	80.00	788.30	6.10	122.00
1.20	899.00	0.10	10.00	1.250	100.00	794.40	9.50	95.00
1.30	909.00	0.10	4.00	1.350	40.00	803.90	3.70	37.00
1.40	913.00	0.10	4.00	1.450	40.00	807.60	3.30	33.00
1.50	917.00	0.25	6.00	1.625	24.00	810.90	6.30	25.20
1.75	923.00	0.25	5.00	1.875	20.00	817.20	5.60	22.40
2.00	928.00	-2.00	-928.00	1.000	464.00	822.80	-822.80	411.40

