



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

**ELABORACIÓN Y PRUEBA DE UN ELECTRODO COMBINADO DE ACERO  
INOXIDABLE 316 ELECTROPULIDO, PARA VALORACIONES  
COMPLEJOMÉTRICAS.**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

JORGE JOAQUÍN PÉREZ CORDERO

ASESOR: DR. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA

CUAUTILÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO 2013



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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



**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.

## **AGRADECIMIENTOS**

A mis padres y hermano por todos los sacrificios que han hecho por mí, porque sin ellos no sería la persona que hoy día soy, ni tendrían sentido mis logros y por enseñarme lo que significa ser una familia.

A mi papa por ser para mí un ejemplo a seguir como ingeniero y como padre, por compartir conmigo su sabiduría, por demostrarme con afecto día a día su cariño, por darse el tiempo para estar con su familia y por enseñarme a ser mejor cada día, porque para mí él es el mejor.

A mi mama por ser una madre ejemplar, por enseñarme que sin importar las adversidades que se presenten en la vida siempre hay que mostrarse fuerte y con la mejor cara, pero sobre todo por su apoyo y amor incondicional de madre que me brinda todos los días.

A mi hermano por apoyarme siempre que lo he necesitado, por estar ahí para mí como un amigo y hermano, por demostrarme su afecto y hacerme saber que cuento con él para cualquier cosa y por enseñarme con su ejemplo a que se puede ser el mejor.

A Diana por brindarme su apoyo durante todo el trabajo de tesis, pero sobre todo por brindarme su cariño sincero durante estos 2 últimos años y por todos los momentos que pasamos juntos.

A José Carlos porque siempre estuvo conmigo en nuestras locuras, apoyándonos en todo lo posible, por demostrarme lo que es en verdad una amistad y por haber estado siempre ahí conmigo sin importar nada.

Al Dr. José de Jesús Pérez Saavedra por todo su apoyo brindado en este proyecto, al ser para mí una guía y maestro, por haber confiado en mí en este proyecto, por resolver cada una de mis dudas con sus amplios conocimientos y su vasta experiencia.

A mis amigos Ulises, Ramsés, Enrique, Octavio, Raúl, Marlene, Efraín, Julio, Víctor, Elizabeth, Manuel y en especial a Gustavo y Eduardo por todos los momentos que compartimos juntos.

Al Sr. Draucin Jiménez Celi por su apoyo en la realización de la estructura del electrodo.

Al proyecto PAPIME PE201214 dirigido por el Dr. José de Jesús Pérez Saavedra por todo el apoyo y material brindado.

# Elaboración y prueba de un Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido, para valoraciones complejométricas.

## ÍNDICE

RESUMEN.....	5
1. INTRODUCCIÓN.....	6
1.1 Potenciometría.....	6
1.1.1 Métodos Potenciométricos.....	7
1.1.1.1 Medidas Potenciométricas Directas.....	7
1.1.1.2 Titulaciones Potenciométricas.....	8
1.2 Electrodo de Referencia.....	9
1.3 Electrodo Indicadores.....	10
1.3.1 Electrodo indicador de Platino (Pt).....	11
1.4 Reacciones de Formación de complejos.....	12
1.4.1 Ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA).....	13
1.4.2 Titulaciones Complejométricas.....	15
1.5 Electropulido de Metales.....	15

<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>17</b>
<b>3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>17</b>
3.1    Metodología experimental.....	17
3.1.1    Material, equipo y reactivos.....	17
3.1.2    Preparación y valoración de soluciones.....	20
3.1.3    Elaboración del Electrodo de Acero Inoxidable 316 Electropulido.....	21
3.1.4    Prueba de la respuesta del Electrodo Electropulido.....	22
<b>4. RESULTADOS .....</b>	<b>27</b>
4.1    Estandarización de las soluciones.....	27
4.2    Resultados del Electrodo Electropulido.....	33
<b>5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>	<b>51</b>
<b>6. CONCLUSIONES.....</b>	<b>54</b>
<b>7. ANEXO.....</b>	<b>55</b>
7.1    La t de Student.....	55
7.2    Intervalos de Confianza.....	55
7.3    Comparación de Medidas.....	57
<b>8. BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>60</b>

## **RESUMEN**

En este trabajo se elaboró un Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido para probar su funcionamiento en valoraciones complejométricas de EDTA con  $\text{Fe}^{3+}$ .

Se construyó un Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido, sumergiéndolo en una solución altamente oxidante (tinta ácida) y sometiénolo a un potencial para lograr el electropulido del alambre de Acero Inoxidable 316.

Para comprobar el funcionamiento del Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido se realizaron una serie de valoraciones, las cuales fueron efectuadas de manera simultánea con un Electrodo de Platino. Por medio de estas valoraciones se encontró que el Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 muestra un comportamiento semejante a los electrodos de Platino en la determinación del volumen de punto de equivalencia en valoraciones complejométricas que involucran al  $\text{Fe}^{3+}$ .

Con ayuda de la prueba estadística t de Student fue comprobado el funcionamiento del Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido para comprobar que esta nueva tecnología nos da resultados con una confiabilidad del 95% y tan válidos como los que obtenemos con un método convencional.

## **1. INTRODUCCIÓN.**

### **1.1 Potenciometría.**

La potenciometría consiste en la medida de la fuerza electromotriz (fem) de una celda galvánica, a través de la cual la corriente que pasa es virtualmente cero, por lo que no tienen lugar cambios importantes en la concentración de las especies electroactivas<sup>1</sup>. La variable, que es de interés en este tipo de mediciones, es la modificación del potencial de un electrodo. Esto se debe a las variaciones de concentración de uno o varios componentes en el sistema.

El sistema consiste en un par de electrodos, que se encuentran en la disolución electrolítica; uno de ellos es el electrodo de referencia, el cual mantiene un potencial constante, y un electrodo indicador, cuyo potencial depende de la composición de la disolución electrolítica; esto se debe a que el potencial de un electrodo sencillo no puede medirse directamente<sup>1</sup>.

Uno de los electrodos, llamado *electrodo indicador* (porque responde directamente a la actividad (concentración) del ion que se va a determinar), es introducido en la disolución del analito, con lo cual se convierte éste en una semicélula. Esta semicélula se conecta por medio de un puente salino a una segunda semicélula de composición fija en la cual está sumergido otro electrodo, llamado *electrodo de referencia* (puesto que su potencial se conoce y es constante durante la medición). El voltaje de la célula es la diferencia de potencial variable que responde a la actividad del analito y al potencial constante del electrodo de referencia<sup>2</sup>.



### 1.1.1 Métodos potenciométricos

#### 1.1.1.1 Medidas Potenciométricas Directas.

Las medidas potenciométricas directas requieren solamente la comparación del potencial producido por el electrodo indicador en una solución problema con el potencial que se obtiene cuando se sumerge el mismo electrodo en una solución patrón (buffer).

En este método se lleva a cabo una sola medición del potencial de la celda para determinar la actividad de un ion sin alterar el equilibrio de la mezcla, por lo cual es muy útil para determinar la actividad de una especie en una mezcla que está en equilibrio.

La potenciometría directa es generalmente usada para determinar el pH de soluciones acuosas aunque también pueden analizarse otros iones, empleando electrodos selectivos de iones. Es un método rápido, no muy caro, fácil de automatizar y no destruye la muestra; sin embargo no proporciona información precisa sobre la concentración de la especie electroactiva pues en la conversión de la actividad a concentración intervienen diversos factores como el efecto de la composición global de la muestra.

Ecuación para la potenciometría directa.

El potencial utilizado en una celda utilizada para una medida potenciométrica directa puede expresarse en base a los potenciales desarrollados por el electrodo indicador, el electrodo de referencia y por el potencial de unión.

$$E_{obs} = E_{ref} - E_{ind} + E_j$$

Donde:

$E_{obs}$  , corresponde al potencial observado

$E_{ref}$  , corresponde al potencial del electrodo de referencia

$E_{ind}$  , corresponde al potencial desarrollado por el electrodo indicador

$E_j$  , corresponde al potencial de unión

En forma característica, el potencial de unión ( $E_j$ ) tiene dos componentes, el primero que se localiza en la unión de la solución del analito y un extremo del puente salino, y el segundo que corresponde a la interfase entre éste y la solución del electrodo de referencia. Los dos electrodos tienden a anularse entre sí.

El potencial del electrodo indicador se relaciona con la actividad  $a_1$  de  $M^{n+}$ , el ion cuya medida es de interés, por medio de una ecuación semejante a la de Nernst<sup>3</sup>.

$$E_{ind} = L + \frac{0.0591}{n} \log a_1 = L - \frac{0.0591}{n} pM$$

En donde  $L$ , en el caso de un electrodo metálico es el potencial estándar ( $E^0$ ) para el electrodo indicador.

#### 1.1.1.2 Titulaciones potenciométricas.

En este método el analito se puede titular haciendo mediciones del potencial en función del volumen adicionado de titulante para determinar el punto final, el cual, es aquél donde ocurre un cambio relativamente grande de potencial. Se aplica a las reacciones ácido – base, redox, precipitación y formación de complejos, que son las reacciones adecuadas para el análisis volumétrico<sup>2</sup>.

Cuando se lleva a cabo una titulación potenciométrica, el interés se centra en los cambios de la fem de la celda electroquímica, a medida que se añade una solución titulante de concentración conocida a la solución del elemento analizado. Este método puede aplicarse a cualquier reacción volumétrica, para la cual se disponga de un electrodo indicador que pueda detectar la actividad de cuando menos una de las sustancias involucradas.

Las principales ventajas de las titulaciones potenciométricas son su aplicabilidad a soluciones turbias, fluorescentes, opacas, coloridas, etc. Las titulaciones potenciométricas suelen ofrecer una

mayor precisión y exactitud. La exactitud aumenta debido a que se emplean potenciales medidos para detectar los cambios rápidos de actividad que ocurren en el punto de equivalencia de la titulación, y esta variación de la fem suele ser considerablemente mayor que la pendiente de la respuesta que limita la precisión de la potenciometría directa. Además el método se basa en el cambio de la fem en función del volumen del titulante y no en el valor absoluto de la fem<sup>4</sup>.

En una titulación potenciométrica, al inicio, se agregan porciones grandes del titulante, a medida que se aproxima al punto final, se disminuye paulatinamente el volumen agregado.

Debe concederse suficiente tiempo para la obtención del equilibrio después de cada adición del reactivo titulante. Una buena agitación es frecuentemente eficaz para acelerar el logro de este equilibrio.

Para determinar el punto final en una titulación potenciométrica, consiste en una gráfica directa del potencial en función del volumen del reactivo y de esa manera ver de manera más sencilla el cambio amplio de potencial con respecto del volumen. Otro procedimiento para determinar el punto final consiste en calcular el cambio de potencial por unidad de cambio en el volumen de reactivo (es decir,  $\Delta E/\Delta V$ ).

## 1.2 Electrodo de referencia

Idealmente, el electrodo de referencia tiene un potencial conocido y constante, con una variación despreciable del potencial de empalme líquido al cambiar la solución de prueba o calibración. Los electrodos de referencia contienen los siguientes componentes: la hemicelda interna de referencia, que por lo general es de plata/cloruro de plata o de calomel, el electrolito de puente salino y un pequeño canal en la punta del electrodo a través del cual fluye muy lentamente el electrolito del puente salino y se establece el contacto con los otros componentes de la celda electroquímica<sup>4</sup>.

Si un electrodo debe mantener un potencial fijo, su composición debe permanecer constante, lo cual exige que virtualmente no pase corriente por él. Esto se consigue mediante el circuito y el método operativo del potenciómetro utilizado para medir la fem de la celda y mediante la composición del electrodo de referencia, que se reajusta a su situación original si pasa solamente una pequeña cantidad de corriente.

### 1.3 Electrodos indicadores

Para las medidas potenciométricas son de dos tipos fundamentales, denominados *metálicos* y *de membrana*.

Electrodos indicadores metálicos.

Se les denomina también electrodos de primer orden para cationes; se utilizan para la cuantificación del catión proveniente del metal con que está construido el electrodo. Varios metales por ejemplo plata, cobre, mercurio plomo y cadmio presentan medias reacciones reversibles con sus iones y son adecuados para la construcción de electrodos de primer orden. Por el contrario, otros metales no son muy satisfactorios como electrodos indicadores, ya que tienden a desarrollar potenciales no reproducibles influidos por tensiones o deformaciones en su estructura cristalina o bien por su recubrimiento de óxido sobre su superficie. Los metales de esta categoría los comprenden el hierro, níquel, cobalto, tungsteno y cromo.

Los electrodos de segundo orden para aniones. Un electrodo metálico responde también en forma indirecta a los aniones que forman precipitados escasamente solubles o complejos con su catión. En el primer caso, basta solo saturar la solución en estudio con la sal muy poco soluble.

Electrodos indicadores para sistemas Redox. Los electrodos construidos de platino u oro, sirven como electrodos indicadores para sistemas de oxidación-reducción. Este tipo de electrodos son por sí mismo inertes; el potencial que desarrollan depende únicamente del potencial del sistema de oxidación-reducción de la solución en la que está sumergido.

Electrodos indicadores de membrana.

Un ejemplo de estos electrodos es el electrodo de vidrio; el cual consiste en medir el potencial que se desarrolla a través de una delgada membrana de vidrio que separa dos soluciones con diferente concentración de ion hidrógeno.

Actualmente se han desarrollado electrodos de membrana que permiten la cuantificación potenciométrica directa de distintos iones como por ejemplo,  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Li^+$ ,  $F^-$  y  $Ca^{2+}$ .

Los electrodos de membrana se clasifican en cuatro grupos:

1. Electrodos de vidrio.
2. Electrodos de membrana líquida.
3. Electrodos de estado sólido o precipitado.
4. Electrodos de membrana sensores de gas.

La conexión entre un electrodo de referencia y un electrodo indicador separados, se hace generalmente, por medio de una unión que permite el paso de los iones, pero impide que las soluciones se mezclen, un ejemplo es el puente de agar, hecho conductor por medio de un electrolito.

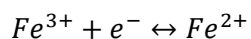
### 1.3.1 Electrodo Indicador de Platino

Los electrodos metálicos generan un potencial eléctrico en respuesta a una reacción redox que tiene lugar en una superficie metálica<sup>5</sup>.

El Electrodo Indicador de Platino es un electrodo relativamente *inerte*, es decir que casi no participa en ninguna reacción química. Su misión es transportar electrones desde o hacia una especie presente en la disolución. La disolución debe contener los estados oxidado y reducido de

la especie. Un ejemplo lo constituye un alambre de platino en contacto con una solución de iones hierro (II) y hierro (III)<sup>6</sup>.

Para la semirreacción:



#### 1.4 Reacciones de formación de complejos

Los reactivos que forman complejos se utilizan ampliamente en la titulación de cationes. Los más empleados son compuestos orgánicos que tienen varios grupos de donadores de electrones capaces de formar enlaces covalentes coordinados con los iones metálicos.

La mayoría de los iones metálicos reaccionan con donadores de electrones formando compuestos de coordinación o *complejos*. La especie donadora (ligando) debe tener por lo menos un par de electrones no compartidos para formar el enlace. Los métodos de titulación basados en estas reacciones se llaman métodos complejométricos

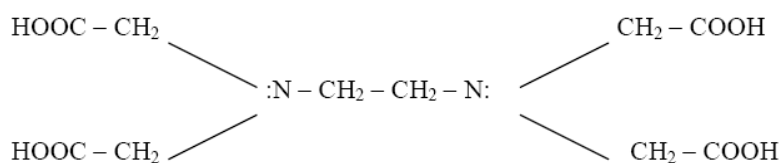
El número de enlaces covalentes coordinados se conoce como número de coordinación. Los más comunes son 2, 4 ó 6. La especie que se forma puede tener carga positiva, negativa o neutra.

Un ligando que sólo tiene un grupo donador disponible, como el amoníaco, se denomina unidentado. Mientras que los que tienen dos grupos, como la glicina, se llaman bidentados. También existen agentes quelantes: tri, tetra, penta y hexa dentados. Como titulantes los ligandos multidentados (4 ó 6 grupos donadores) tienen la ventaja de que reaccionan mejor con los cationes, dan puntos finales bien definidos y reaccionan en una sola etapa.

### 1.4.1 Ácido Etilendiaminotetraacético (EDTA)

El ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) es un titulante hexadentado complejométrico muy utilizado, es un compuesto que forma complejos 1:1 fuertes con la mayoría de los iones metálicos y que se usa ampliamente en análisis cuantitativo. Forma quelatos muy estables con la mayoría de los metales<sup>5</sup>.

El efecto quelato es la capacidad de los ligandos multidentados de formar complejos metálicos más estables que los que pueden formar ligandos monodentados similares a los primeros.



$$pK_{a1} = 0.0$$

$$pK_{a2} = 1.5$$

$$pK_{a3} = 2.0$$

$$pK_{a4} = 2.66$$

$$pK_{a5} = 6.16$$

$$pK_{a6} = 10.24$$

Los cuatro primeros valores de  $pK_a$  se refieren a los protones carboxílicos, y los dos últimos a los protones de amonio.

#### 1.4.2 Titulaciones complejométricas

En una valoración complejométrica, el analito y valorante forman un ion complejo, y la constante de equilibrio se llama constante de formación.

Este tipo de titulaciones Consisten en graficar pM ( $-\log [M]$ ) (siendo M el metal complejado) en función del volumen de titulante (EDTA) agregado. Los valores de pM antes del punto de equivalencia se calculan:  $pM = -\log [M]$

En el punto de equivalencia y después del punto de equivalencia la concentración de MY y de M dependen del pH, es por ello que las titulaciones con EDTA se llevan a cabo a pH controlado para evitar interferencias y para asegurar que el indicador trabaje adecuadamente.

#### 1.5 Electropulido de metales

El electropulido es un tratamiento superficial mediante el cual el metal se disuelve electrolíticamente, al ser pulido actúa como ánodo en una celda electrolítica. Con la aplicación de corriente, se forma una capa en la superficie metálica, permitiendo a los iones metálicos difundirse a través de dicha capa. Los puntos altos de la superficie rugosa, lo mismo que las zonas con rebabas, son áreas de mayor densidad de corriente que el resto de la superficie, y se disuelven a mayor velocidad, dando lugar a una superficie más lisa y nivelada. Simultáneamente, y bajo condiciones controladas de intensidad de corriente y temperatura, tiene lugar un abrillantamiento de la superficie<sup>7</sup>.



El electropulido funciona básicamente debido que, al disolverse el metal bajo la circulación de corriente, se forma una capa viscosa de productos de la disolución, la cual se va difundiendo lentamente en el baño electrolítico.

El espesor de esta capa no es constante, siendo mayor en los valles; y como su resistencia eléctrica es superior a la de la solución de electropulido, conduce a una disolución preferencial de los picos, y a una nivelación de la superficie.

En la figura 1a se puede apreciar el esquema de un corte transversal (a escala microscópica) de la superficie al comienzo del procedimiento, y en la 1b cómo después de un tiempo de tratamiento la superficie se ha disuelto y comienza a “nivelarse”.

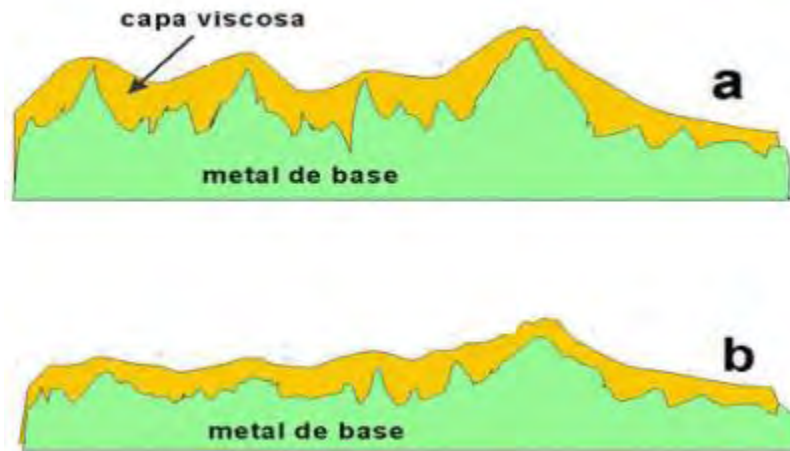
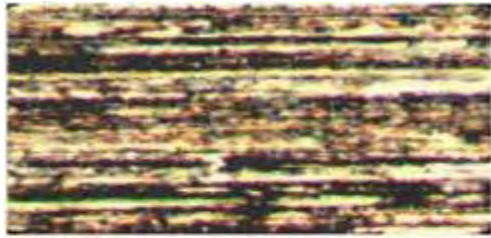
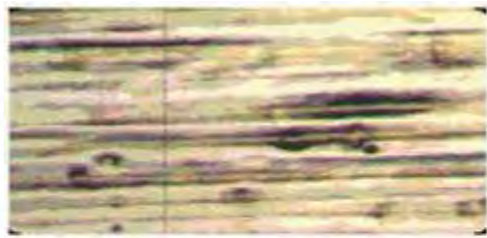


Figura 1.

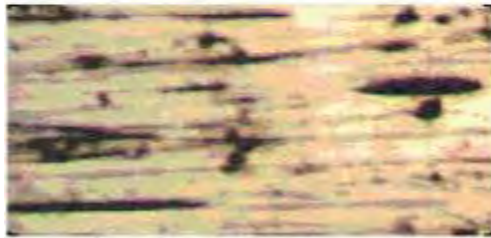
En la figura 2 se puede apreciar una microfotografía de una superficie tratada con esmeril 180, aumentada 50 veces. En la figura 3, la misma superficie, después del electropulido. La figura 4 es una microfotografía, con un aumento de 50 veces, de una superficie obtenida mediante un tratamiento mecánico con cepillo y pasta de pulir. Se aprecian claramente las pequeñas cavidades y rayas con bordes agudos. En cambio, en la figura 5, la misma superficie electropulida muestra la ausencia de huecos con bordes definidos. En este tipo de terminación no podrán alojarse materiales extraños en la superficie.



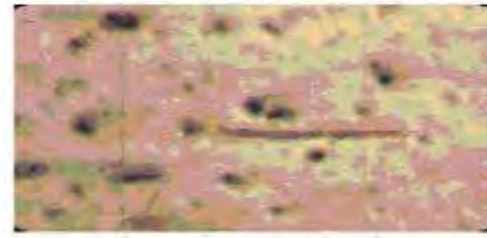
**Fig. 2**



**Fig. 3**



**Fig. 4**



**Fig. 5**

Debido al electropulido obtenemos las siguientes ventajas:

- Tratar piezas de forma irregular y de gran tamaño, en un tiempo corto y con gran ahorro de mano de obra.
- Aumentar la resistencia a la corrosión ya que el proceso permite eliminar las capas superficiales formadas por labores de laminación y pulido, dejando sobre la superficie terminada una capa de óxidos de hierro que le confiere una excelente pasividad en relación con numerosos reactivos químicos.
- Disminuir la tendencia en los líquidos y sólidos a adherirse a la superficie, mejorando los aspectos de limpieza y escurrido de las mismas, aspectos muy importantes en intercambiadores de calor, evaporadores, etc.
- Pulir piezas en las que el pulido mecánico resulta inaccesible. Esto es posible lograrlo en un solo tratamiento, proporcionando un aspecto uniforme en toda la superficie, lo cual sería difícil de lograr mediante métodos convencionales.

## **2. OBJETIVOS**

### **Objetivo General:**

- Construir un Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido y llevar a cabo con él, valoraciones complejométricas para comprobar su funcionamiento en este tipo de valoraciones.

### **Objetivo Particular:**

- Realizar el trabajo de electropulido en un alambre de Acero Inoxidable 316 con una solución de tinta ácida para la elaboración de los Electrodo Electropulidos.
- Comparar el funcionamiento del Electrodo Electropulido con respecto a un Electrodo de Platino convencional por medio de valoraciones complejométricas para determinar estadísticamente (t de student) sus diferencias.

## **3. DESARROLLO EXPERIMENTAL**

### **3.1 Metodología experimental**

#### **3.1.1 Material, equipo y reactivos.**

<b>MATERIAL</b>	<b>EQUIPO</b>	<b>REACTIVOS</b>
Soporte universal	Agitador magnético	Hidróxido de Sódio (NaOH marca Baker, 97% )
Pinzas para bureta	2 Potenciómetros analógicos (marca oakton y mettler)	Ácido Clorhídrico (HCl marca Baker)
1 Bureta de 10mL	Electrodo Indicador de Platino	EDTA (marca Baker, 99.6%)
Vasos de fondo concavo	2 Electrodo de referencia de Ag/AgCl	Sulfato Férrico Amoniacal (marca Merck, 99% )

Puente de Agar-Agar	Electrodo de referencia de Calomel saturado	Sulfato Ferroso Amoniacal (marca Baker, 99.4% )
Caimanes	Fuente de poder	Ácido Sulfúrico (marca Productos Químicos Monterrey, 96% )
2 barras de acero inoxidable 316	Balanza analítica	Ácido Fosfórico (marca Productos Químicos Monterrey, 95%)
2 Vasos de precipitado de 50mL	Termómetro de 0-400 °C	Trióxido de Cromo (marca Merck 99% )
1 Vaso de precipitado de 250mL		Agua destilada
2 Matraces volumétricos de 200mL		
2 Matraces volumétricos de 50mL		
1 Pipeta volumétrica de 1mL		
1 Pipeta volumétrica de 5mL		
Espátula de acero		
Piseta		
Pro-pipetas		
1 Pipeta graduada de 1mL		

### 3.1.2 Preparación y valoración de soluciones

Para cada una de las valoraciones se realizaron 5 repeticiones.

a) Se preparó una solución de NaOH 0.1M

Se valoró la solución de Hidróxido de Sodio [0.1M] con Ácido clorhídrico [0.1M] (estandarizado R.A.). Se tomó una alícuota de 5mL de la solución de NaOH 0.1M y se valoró con HCl 0.1M.

Una vez valorada la solución de NaOH 0.1M, se diluyó 1:10 para obtener una concentración de la solución de NaOH 0.01M. Para esta dilución, se agregaron 5mL (con una pipeta volumétrica de 5mL) de la solución 0.1M de NaOH y se aforó en un matraz volumétrico de 50mL.

b) Posteriormente se preparó una solución de EDTA 0.01M

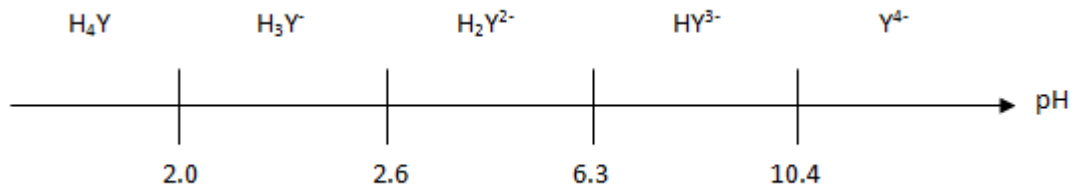
De la solución de EDTA 0.01M se tomó una alícuota de 5 mL y se valoró con NaOH 0.01M.

c) Después se preparó una solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ , utilizando sulfato férrico amoniacal y sulfato ferroso amoniacal. En esta solución la concentración del ión  $[\text{Fe}^{3+}]$  es de 0.01M y la concentración del ión  $[\text{Fe}^{2+}]$  es de 0.001M. Y el pH de la solución fue ajustado (con perlas de NaOH) para que quedara en el siguiente intervalo  $2.3 \leq \text{pH} < 2.5$ . Obteniendo un pH final en la solución de 2.3

Esta solución fue calentada durante unos 20 min aproximadamente a una temperatura de 65 a 75°C para que se disolviera el sulfato ferroso amoniacal y el sulfato férrico amoniacal (el aspecto de la solución es amarillo tenue).

Otro aspecto muy importante en esta solución es el pH, el cual debe estar en el intervalo señalado anteriormente ( $2.3 \leq \text{pH} < 2.5$ ), para que la solución quedara en este rango de pH, se le disolvieron perlas de NaOH y por medio de un electrodo de vidrio (previamente calibrado) se monitoreó el pH hasta que quedara dentro del rango deseado.

La razón por la cual se desea que el pH de la solución esté en este intervalo, es debido a que en una escala de pH, el EDTA en su forma  $\text{H}_3\text{Y}^-$  predomina en este rango de pH; de esta manera nos aseguramos que el ión que intervenga en la reacción de complejación sea el  $\text{Fe}^{3+}$ . También se estableció este rango de pH debido a que el  $\text{Fe}^{3+}$  forma hidroxocomplejos a un  $\text{pH} \geq 2.5$



Para la valoración de esta solución, se tomó una alícuota de 5 mL (de la solución de  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$  (0.01M y 0.001M respectivamente)) y se valoró con EDTA 0.01M.

El montaje experimental para todas las valoraciones mencionadas anteriormente se muestra en la figura 6.

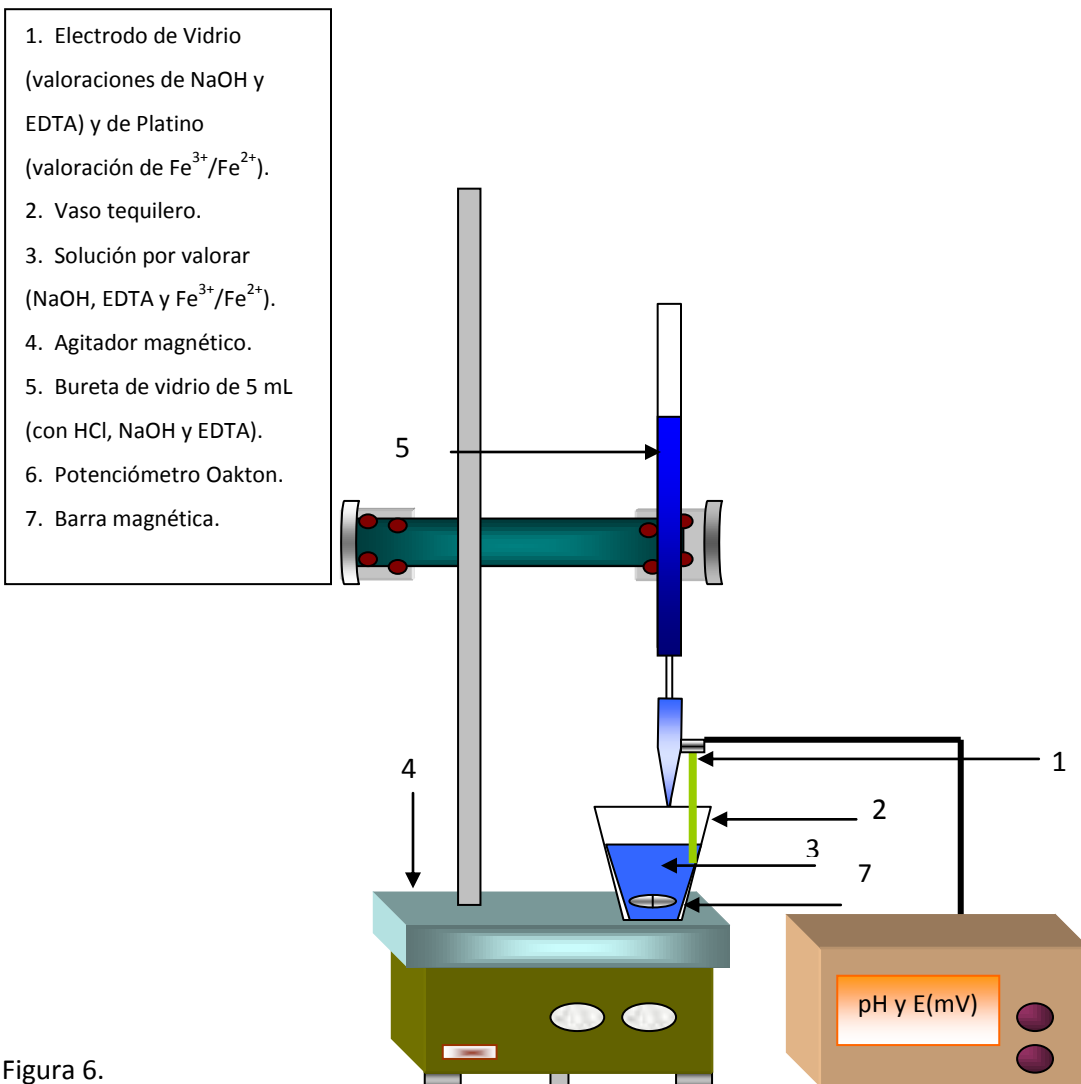


Figura 6.

### 3.1.3 Elaboración del Electrodo de Acero Inoxidable 316 Electropulido

Para elaborar los electrodos indicador y referencia electropulidos se llevaron a cabo los siguientes pasos:

- a) De un alambre de Acero Inoxidable 316 (68.5% Fe, 17% Cr, 12% Ni, 2.5% Mo) obtener tres piezas de una longitud de 5cm.
- b) Poner a calentar una solución de Tinta ácida (12g de  $\text{CrO}_3$ , 20mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 90mL de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y 30mL de Agua destilada) en una parrilla de calentamiento (durante 10 min aproximadamente) y en constante agitación, hasta que la temperatura de la tinta ácida esté entre 65 y 75°C.
- c) Conectar por medio de unos caimanes a la fuente de poder dos trozos de Acero Inoxidable 316 (los trozos de alambre previamente cortados), uno al cátodo y el otro al ánodo.
- d) Sumergir en la tinta ácida (previamente calentada) los cables de acero y ajustar la fuente de poder a 4 amperes y manteniendo una temperatura en la tinta ácida entre 65 y 75°C.
- e) Una vez ajustada la intensidad de la fuente de poder (4 amperes), la temperatura de la tinta ácida (de 65 a 75°C) y manteniendo los trozos de Acero Inoxidable 316 en la tinta ácida, contar 5 minutos para que el proceso de electropulido en el trozo de acero conectado en el cátodo (+) se electropula.
- f) Pasados los 5 minutos, apagar la fuente de poder y retirar el Electrodo Electropulido de Acero Inoxidable 316 del cátodo (+).
- g) Finalmente para electropulir el segundo cable de Acero lo conectamos en el caimán conectado en la fuente de poder al cátodo y repetir los incisos del d) al f).

### 3.1.4 Prueba de la respuesta del Electrodo Electropulido

#### a) Relación de los Electrodos Electropulidos con respecto al pH

Para los dos Electrodos Electropulidos que se elaboraron, se comprobó la linealidad con respecto al pH.

Esta prueba se realizó de la siguiente manera: en un vaso de fondo cóncavo se agregó Cloruro de potasio (KCl), en este vaso se introdujo un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$  (electrodo de referencia). En un vaso de precipitado se agregó una solución buffer de pH igual a 4. En el vaso de fondo cóncavo se introdujo el Electrodo Electropulido (electrodo indicador) y posteriormente se conectaron ambos vasos por medio de un puente de Agar-Agar.

Finalmente se conectó el electrodo de referencia y el electrodo indicador a un potenciómetro y se obtuvo una lectura de potencial (E) en milivolts (mV). Este proceso se realizó 2 veces más, cambiando solamente en el sistema la solución buffer de pH 4 por una solución buffer de pH 7 y una última de pH 10.

Estas instrucciones se realizaron de igual manera para el otro electrodo electropulido y una última para un electrodo de vidrio, que nos servirá de comparación para los electrodos electropulidos con respecto a un electrodo de vidrio comercial, para tener un medio de comparación.

El montaje experimental se muestra en la figura 6.



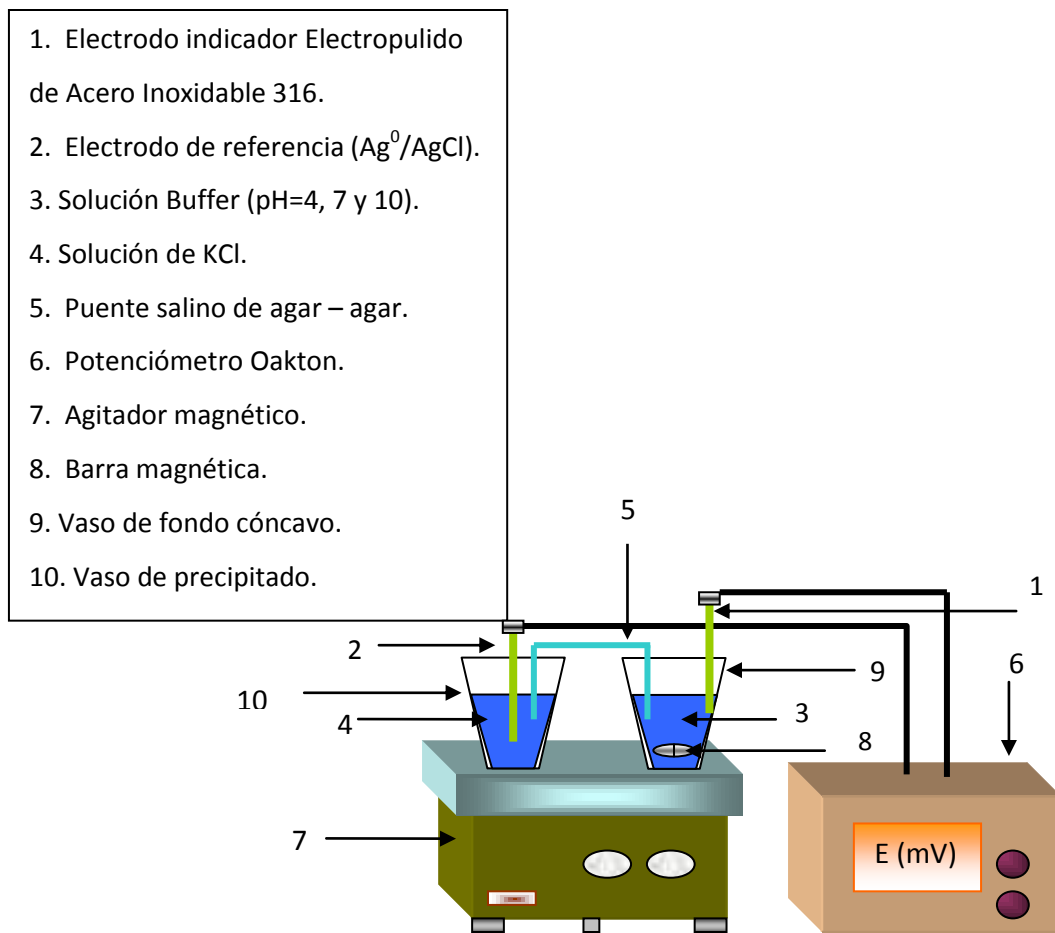


Figura 6.

- b) Comparación del Electrodo Electropulido utilizado como indicador y como referencia un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$ ; comparándolo con un alambre de Platino (Pt) y utilizando como referencia un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$ .

Para tener otro punto de comparación con nuestro electrodo electropulido, realizamos el siguiente montaje experimental de la figura 7.

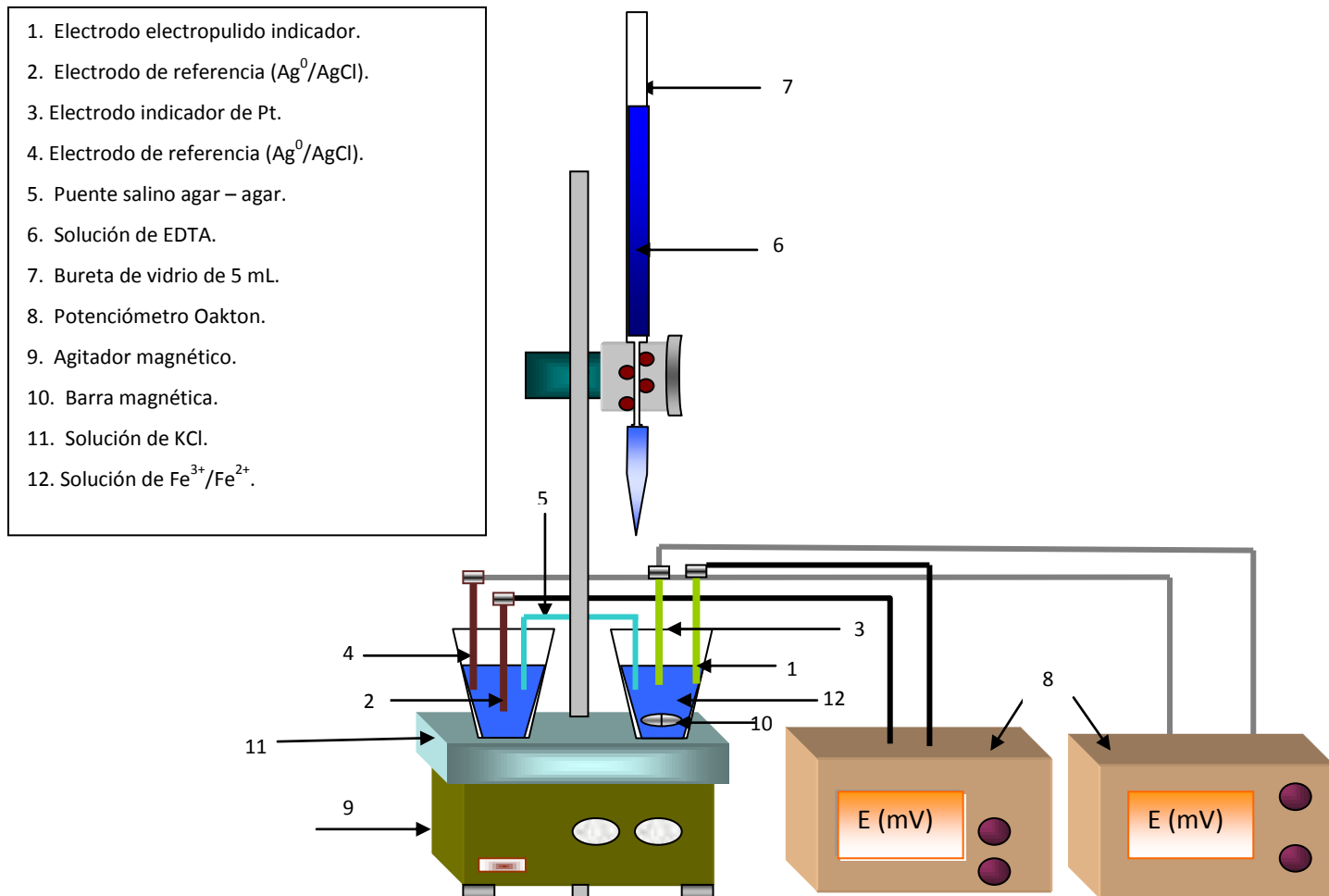


Figura 7.

En este sistema se agregó 1mL (alícuota) de la solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  y se valoró con EDTA. Se utilizaron dos potenciómetros, en cada uno de los sistemas utilizamos como electrodo de referencia un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$  sumergidos en una solución de KCl y como electrodo indicador utilizamos un Electrodo Electropulido y en el otro sistema un alambre de platino.

Se realizaron 5 repeticiones de las valoraciones para este sistema

c) Prueba del Electrodo Electropulido como electrodo indicador y electrodo de referencia.

Para esta prueba, se realizó el siguiente montaje experimental de la figura 8.

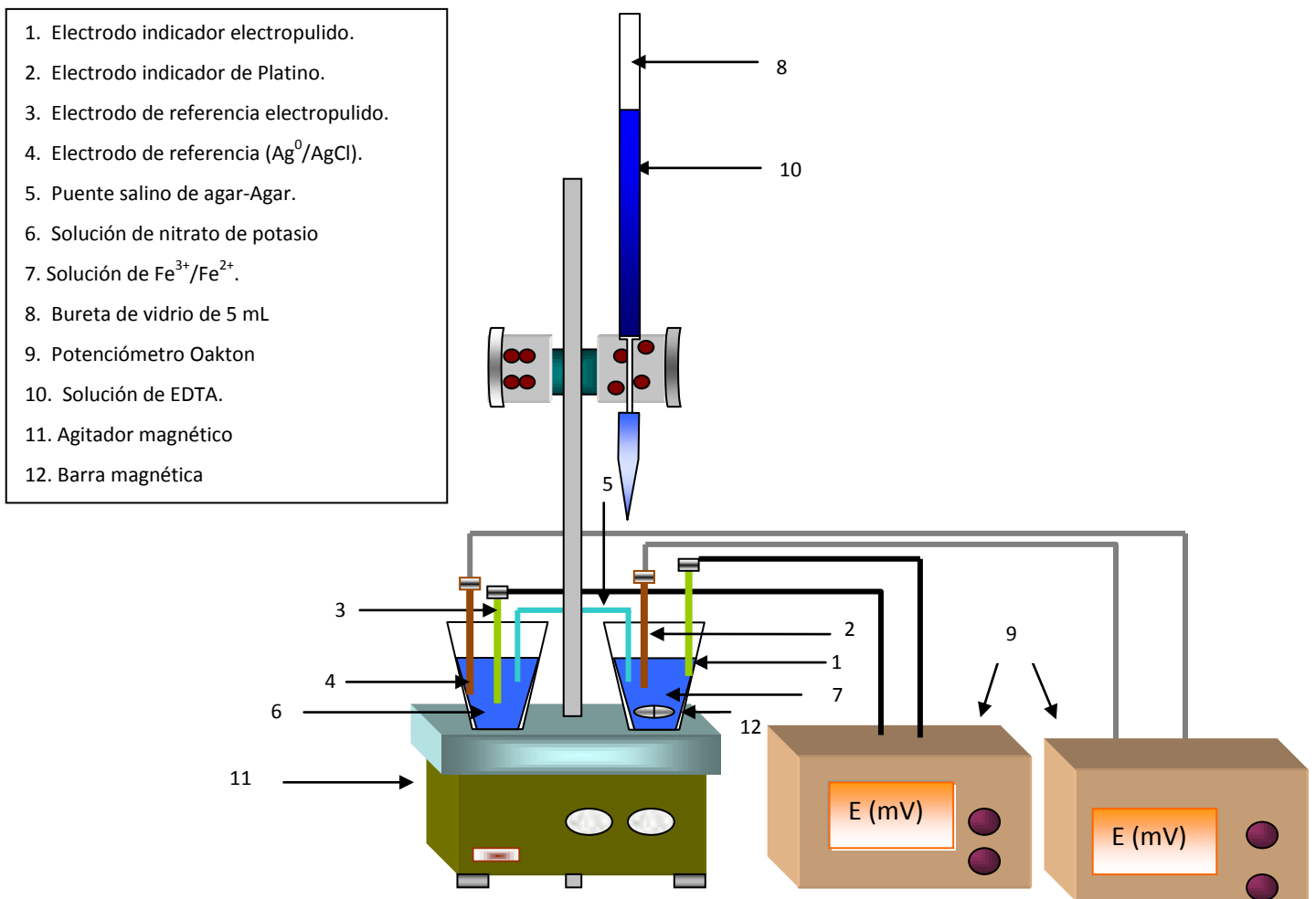


Figura 8.

En este sistema valoramos 1mL (alícuota) de la solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  con EDTA; a diferencia del sistema pasado, en este se reemplazó el electrodo de referencia de  $\text{Ag}/\text{AgCl}$  por un Electrodo Electropulido y se sumergió en una solución buffer de pH 4

(se repitió el experimento, cambiando la solución buffer de 4 por una solución buffer de 7 y otra de 10) y como electrodo indicador se utilizó el otro Electrodo Electropulido y se conectaron al potenciómetro.

d) Comparación del Electrodo Comercial de Platino con respecto al Electrodo Combinado Electropulido (con un pH buffer igual a 10) valorando la misma alícuota.

Para esta prueba se realizó el montaje experimental de la figura 9.

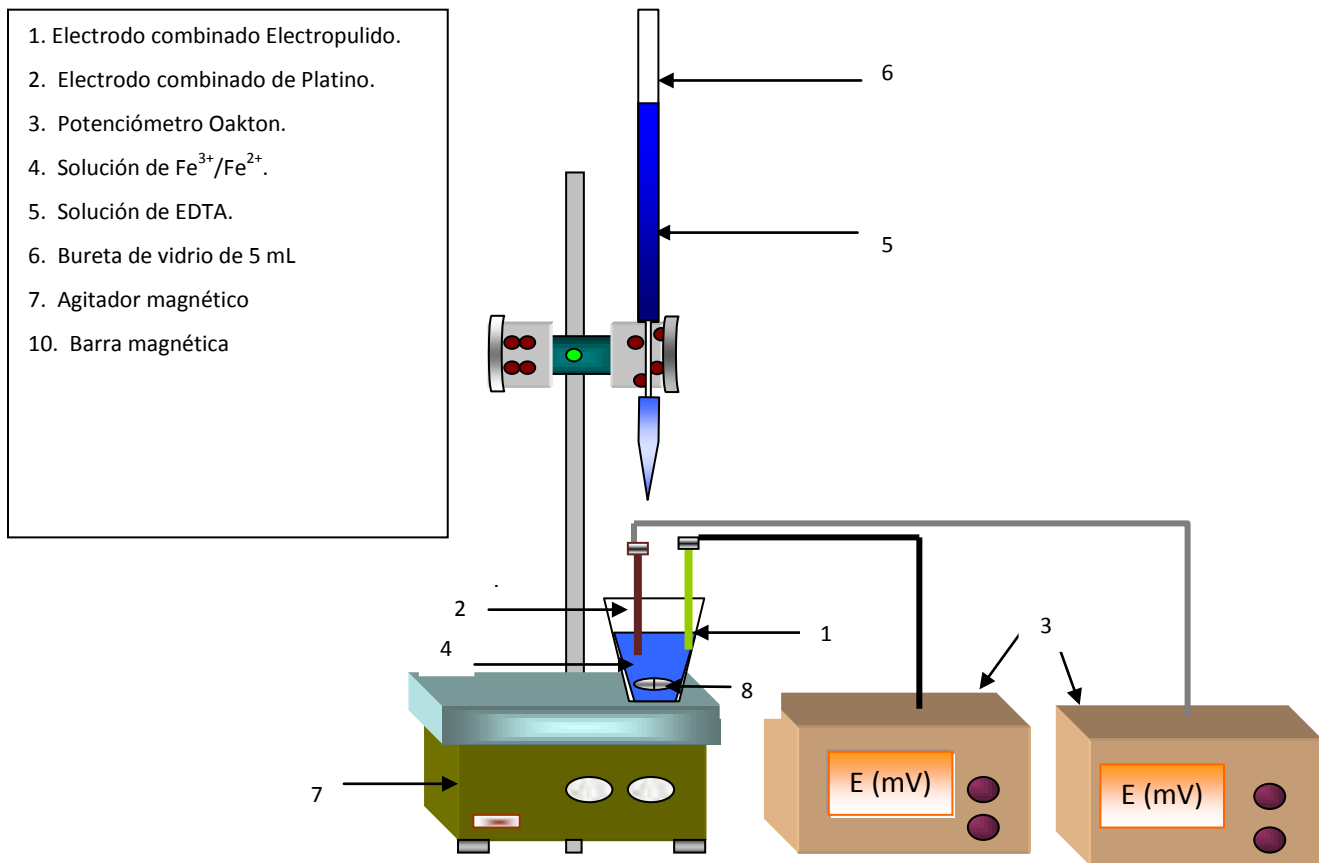


Figura 9.

En este sistema valoramos una alícuota de 5mL de la solución de  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$  con EDTA; el Electrodo Combinado Electropulido se llenó con buffer de pH 10 y se realizó la valoración introduciendo ambos electrodos (Electrodo de Pt y Electrodo combinado Electropulido) en un vaso de fondo cóncavo.

#### 4. Resultados

##### 4.1 Estandarización de las soluciones

En las siguientes valoraciones se realizaron 5 repeticiones para cada una.

- a) Valoración de la solución de NaOH 0.1M con HCl 0.1M (R.A.), realizada con un electrodo de vidrio. En la siguiente tabla se muestra una de las cinco valoraciones realizadas.

Tabla No.1

Valoración de NaOH [0.1M] con HCl [0.1M]

<b>V<sub>HCL</sub> (mL)</b>	<b>pH</b>	<b>V<sub>HCL</sub> (mL)</b>	<b>pH</b>	<b>V<sub>HCL</sub> (mL)</b>	<b>pH</b>
<b>0</b>	11.45	<b>4.6</b>	9.96	<b>6</b>	1.64
<b>0.5</b>	11.45	<b>4.7</b>	7.97	<b>6.5</b>	1.55
<b>1</b>	11.45	<b>4.8</b>	3.32	<b>7.0</b>	1.48
<b>1.5</b>	11.43	<b>4.9</b>	2.59	<b>7.5</b>	1.41
<b>2</b>	11.39	<b>5</b>	2.29	<b>8</b>	1.36
<b>2.5</b>	11.33	<b>5.1</b>	2.17	<b>8.5</b>	1.34
<b>3</b>	11.27	<b>5.2</b>	2.07	<b>9</b>	1.3
<b>3.5</b>	11.18	<b>5.3</b>	1.94	<b>9.5</b>	1.26
<b>4</b>	10.98	<b>5.4</b>	1.91	<b>10</b>	1.24
<b>4.25</b>	10.75	<b>5.5</b>	1.83		
<b>4.5</b>	10.42	<b>5.75</b>	1.7		

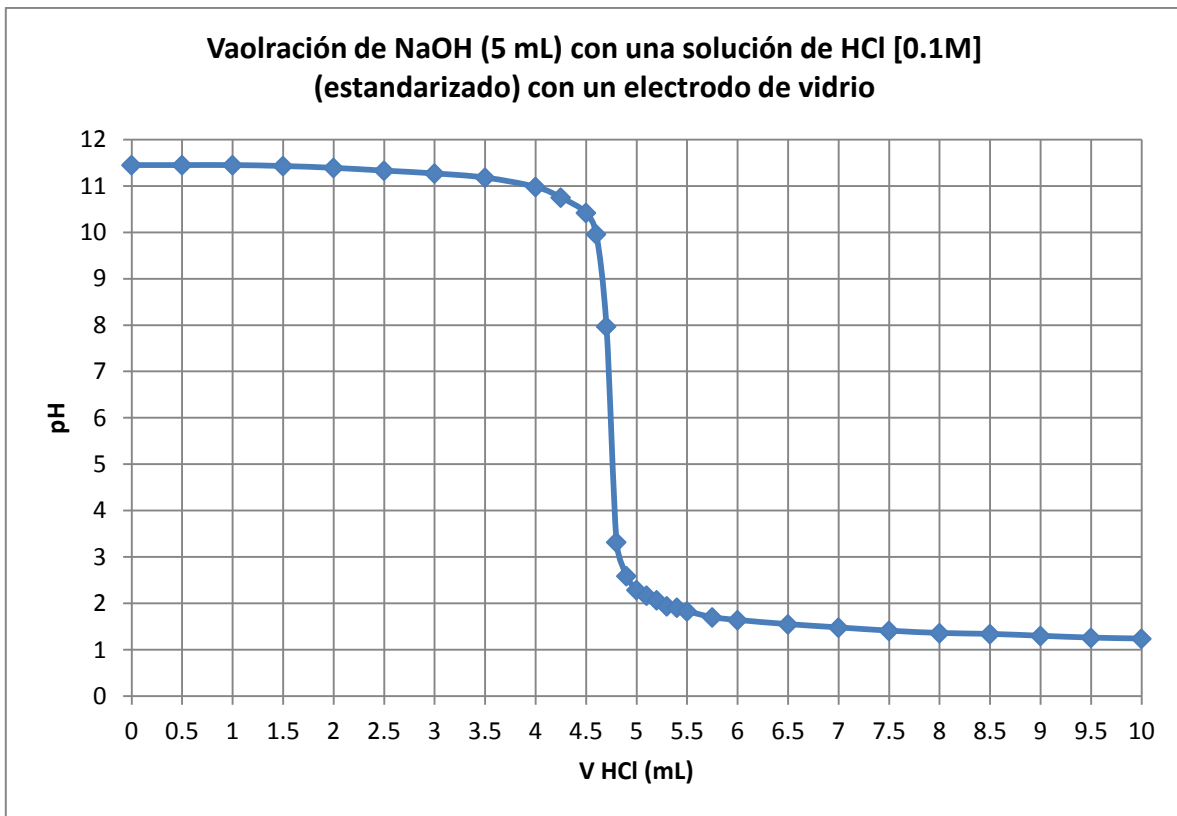


Figura 10.

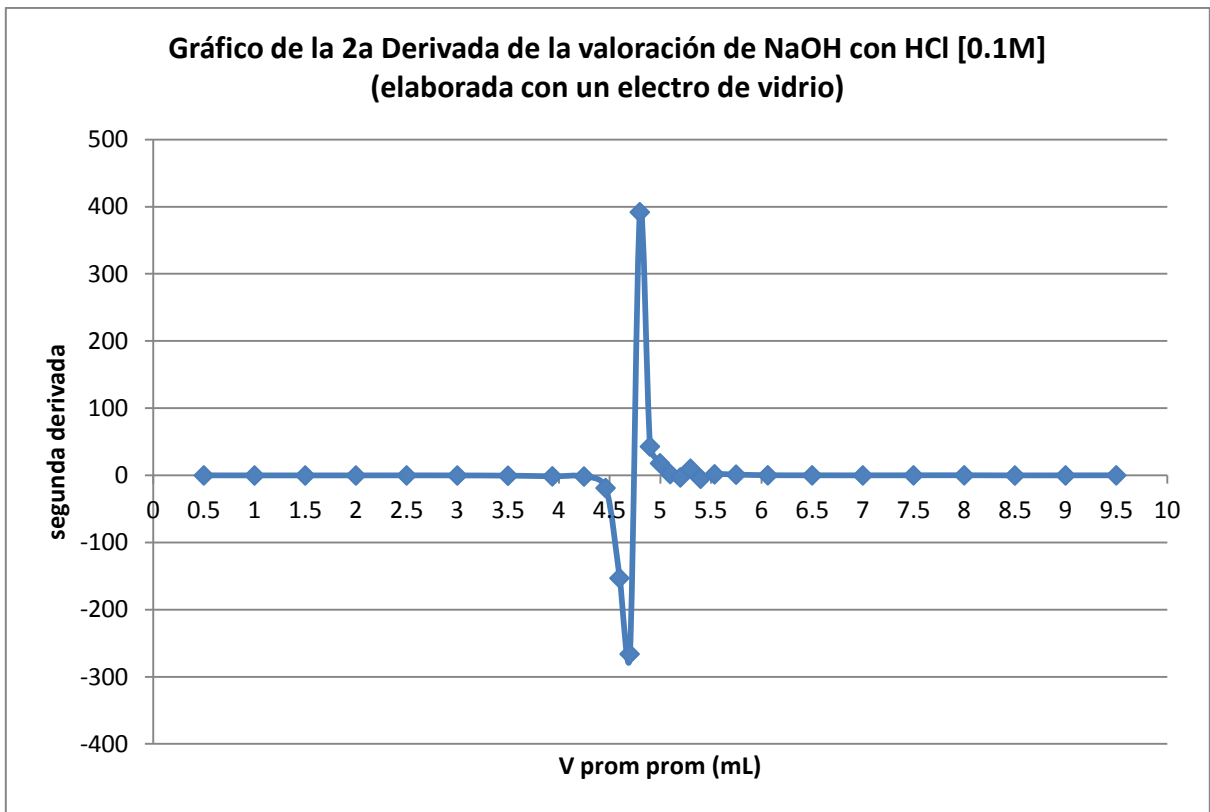


Figura 11.

b) Valoración de la solución de EDTA 0.01M con NaOH 0.01M (estandarizado), realizada con un electrodo de vidrio.

Tabla No. 2

$V_{\text{NaOH}}$ (mL)	pH	$V_{\text{NaOH}}$ (mL)	pH	$V_{\text{NaOH}}$ (mL)	pH
0	5.08	4.6	7.31	6	9.87
0.5	5.45	4.7	7.78	6.5	9.96
1	5.68	4.8	8.42	7.0	10.07
1.5	5.87	4.9	8.71	7.5	10.13
2	6.04	5	8.94	8	10.22
2.5	6.16	5.1	9.08	8.5	10.28
3	6.34	5.2	9.27	9	10.33
3.5	6.5	5.3	9.42	9.5	10.37
4	6.75	5.4	9.5	10	10.42
4.25	6.85	5.5	9.65		
4.5	7.04	5.75	9.75		

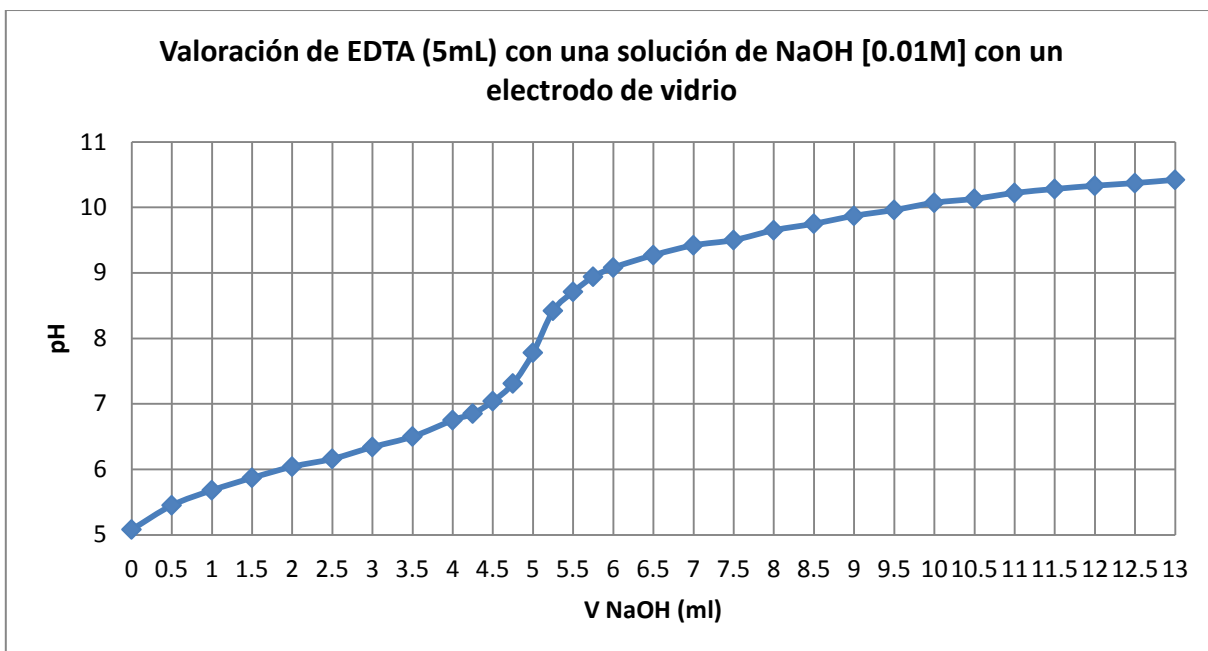


Figura 12.



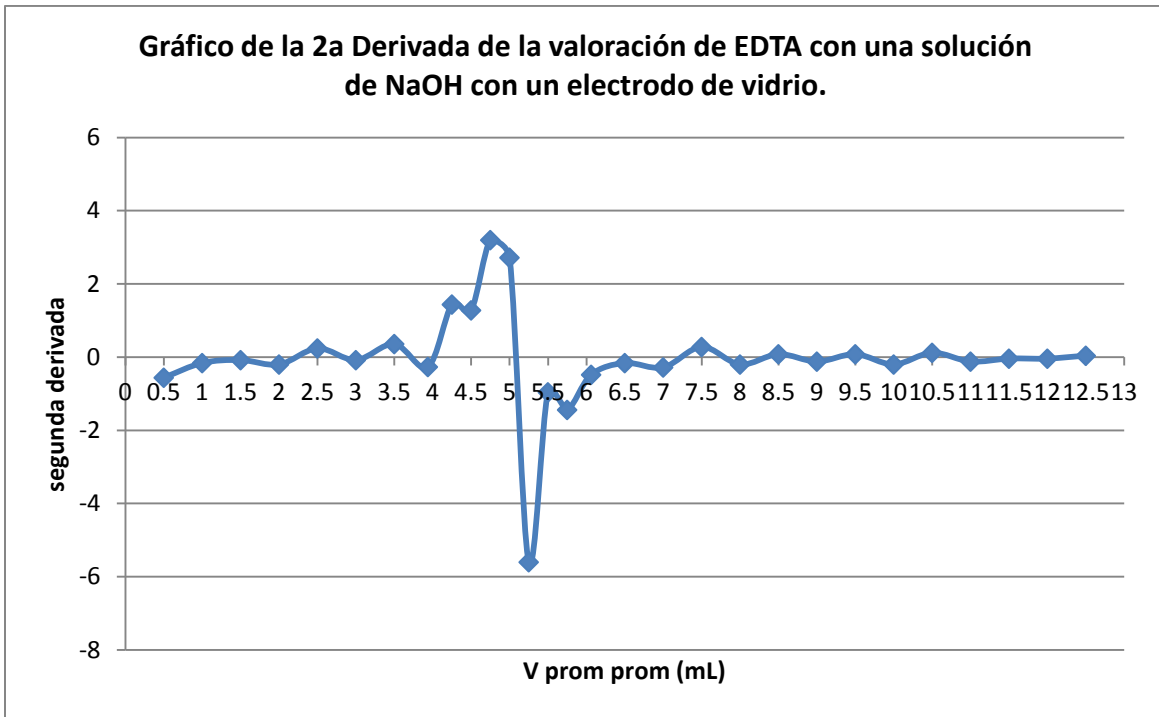


Figura 13.

- c) Valoración de la solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  ( $[\text{Fe}^{3+}] = 0.01\text{M}$  y  $[\text{Fe}^{2+}] = 0.001\text{M}$ ), con EDTA  $0.01\text{M}$  (estandarizado), realizado con un Electrodo de Platino.

Tabla No. 3

$V_{\text{EDTA}}$ (mL)	E (mV)	$V_{\text{EDTA}}$ (mL)	E (mV)	$V_{\text{EDTA}}$ (mL)	E (mV)
<b>0</b>	412	<b>4.5</b>	347	<b>6.5</b>	42
<b>0.5</b>	408	<b>4.6</b>	343	<b>7</b>	40.2
<b>1</b>	406	<b>4.8</b>	304	<b>7.5</b>	39.9
<b>1.5</b>	406	<b>5</b>	113.8	<b>8</b>	39.7
<b>2</b>	402	<b>5.2</b>	72.5	<b>8.5</b>	52.7
<b>2.5</b>	402	<b>5.4</b>	51.1	<b>9</b>	54
<b>3</b>	389	<b>5.6</b>	45.3	<b>9.5</b>	65.1
<b>3.5</b>	383	<b>5.8</b>	45.3	<b>10</b>	70.4
<b>4</b>	373	<b>6</b>	43.5		

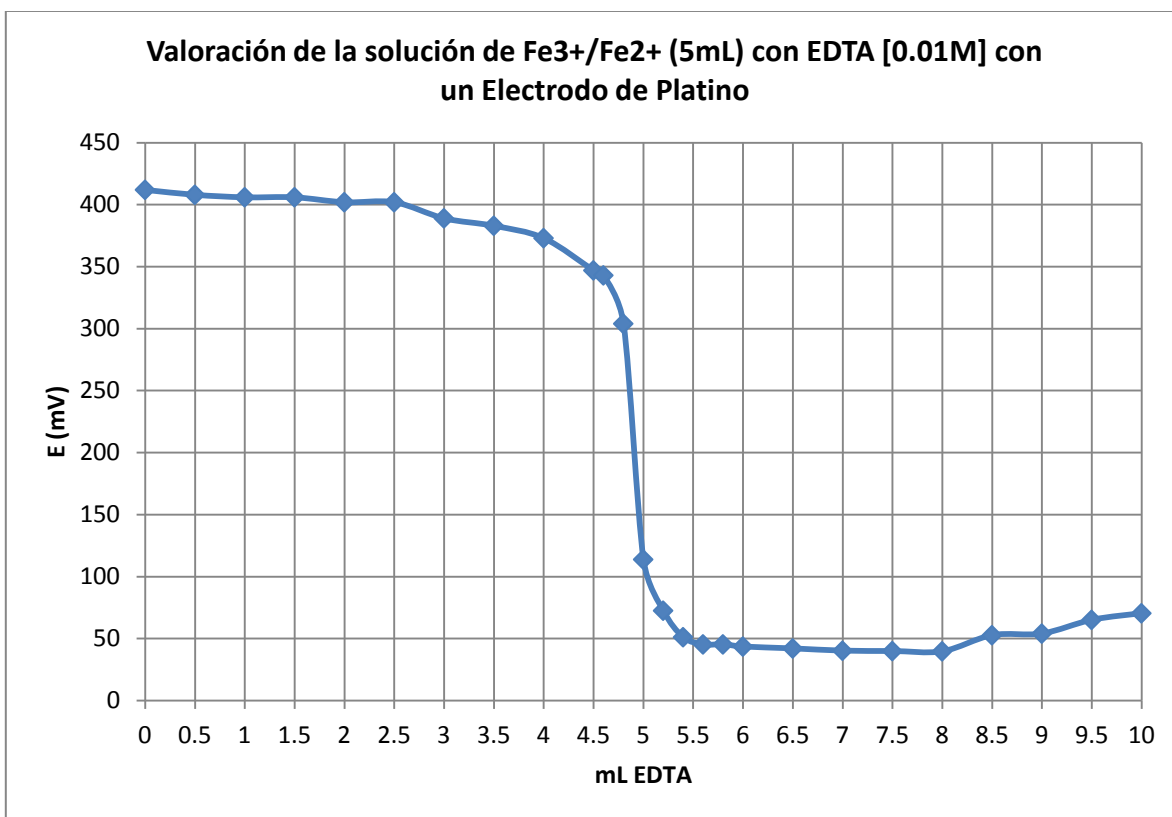


Figura 14.

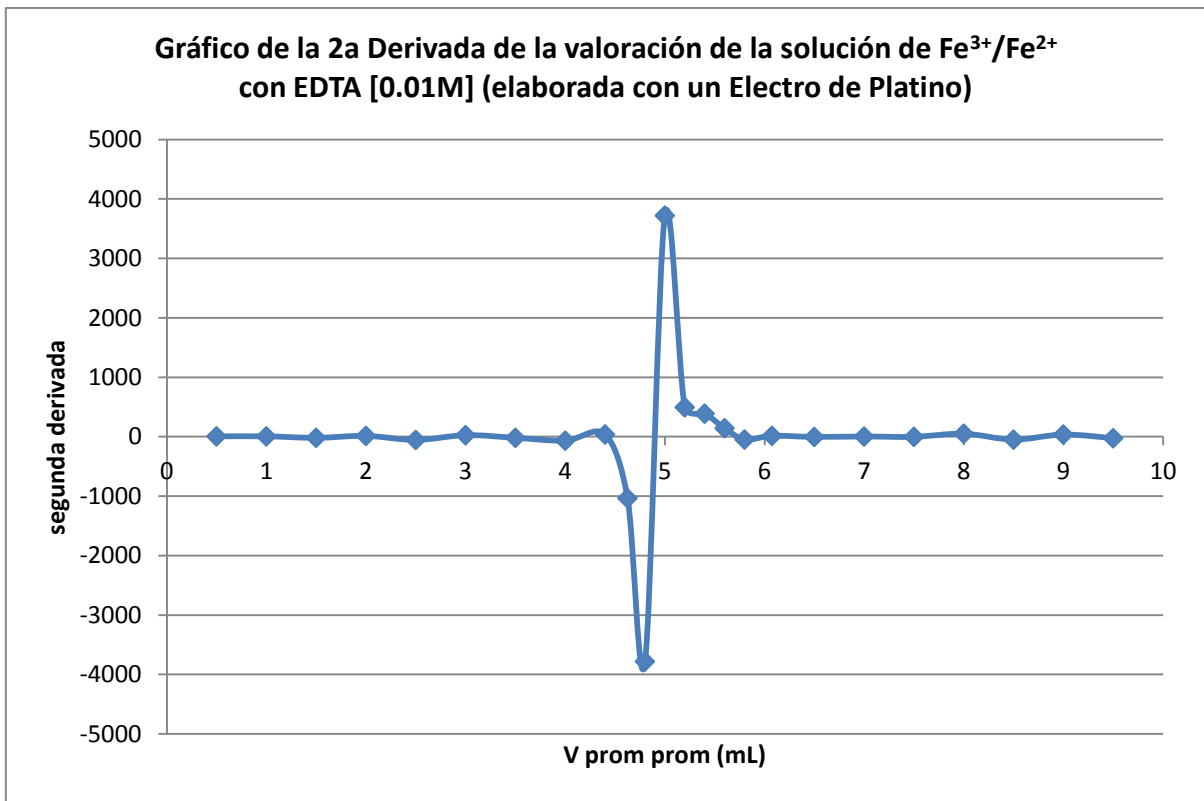


Figura 15.

#### 4.2 Resultados del Electrodo Electropulido

Nota: en este apartado se cuentan con los resultados de dos Electrodo Electropulidos de Acero Inoxidable 316 elaborados, de tal manera llamaremos a un electrodo; electrodo de referencia y al otro electrodo indicador.

a) Resultados de la relación del Electrodo Electropulido con respecto al pH

Tabla No. 4

E.E. Indicador	
pH	E (mV)
4	-16
7	-250
10	-360

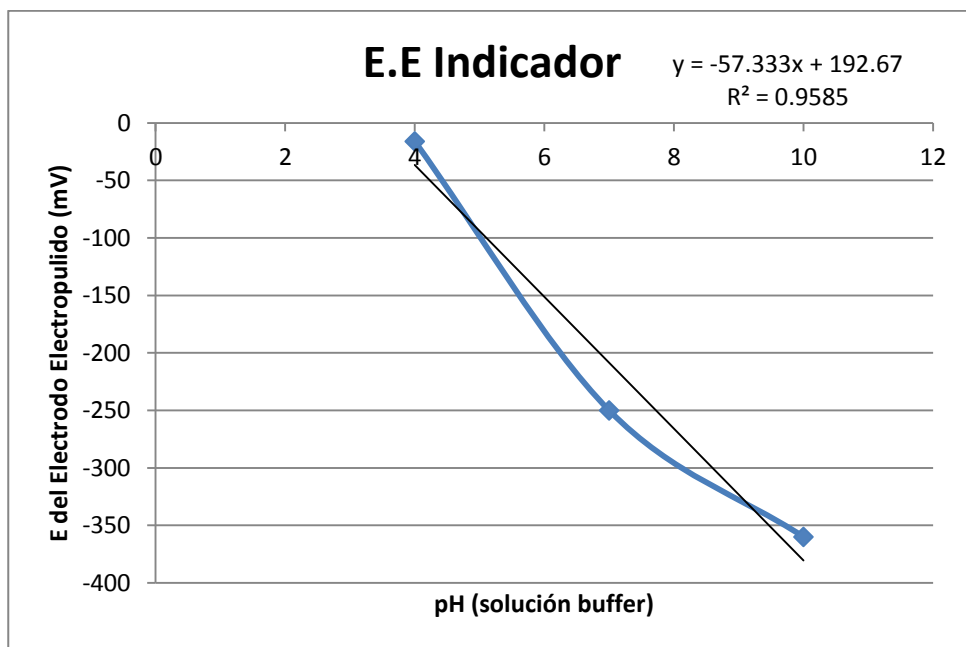


Figura 16.

Tabla No. 5

E.E. Referencia	
pH	E(mV)
4	102.2
7	-126
10	-249

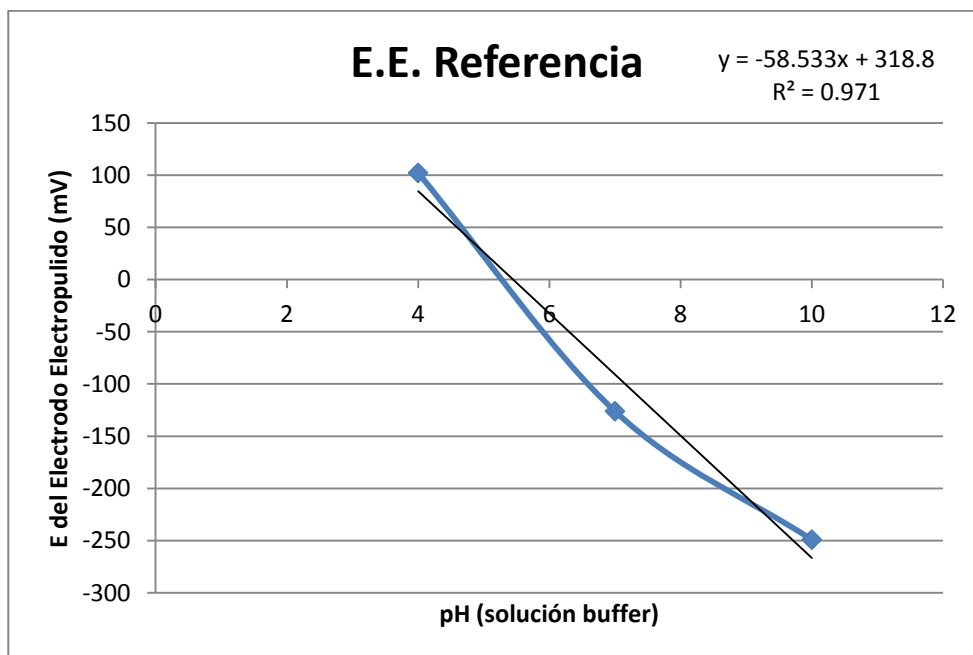


Figura 17.

Para tener un parámetro de comparación con los Electrodo Electropulidos elaborados, se realizó la misma regresión, pero con un electrodo de vidrio comercial y los resultados fueron los siguientes.

Tabla No. 6

Electrodo de Vidrio	
pH	E (mV)
4	161.8
7	-33.5
10	-167

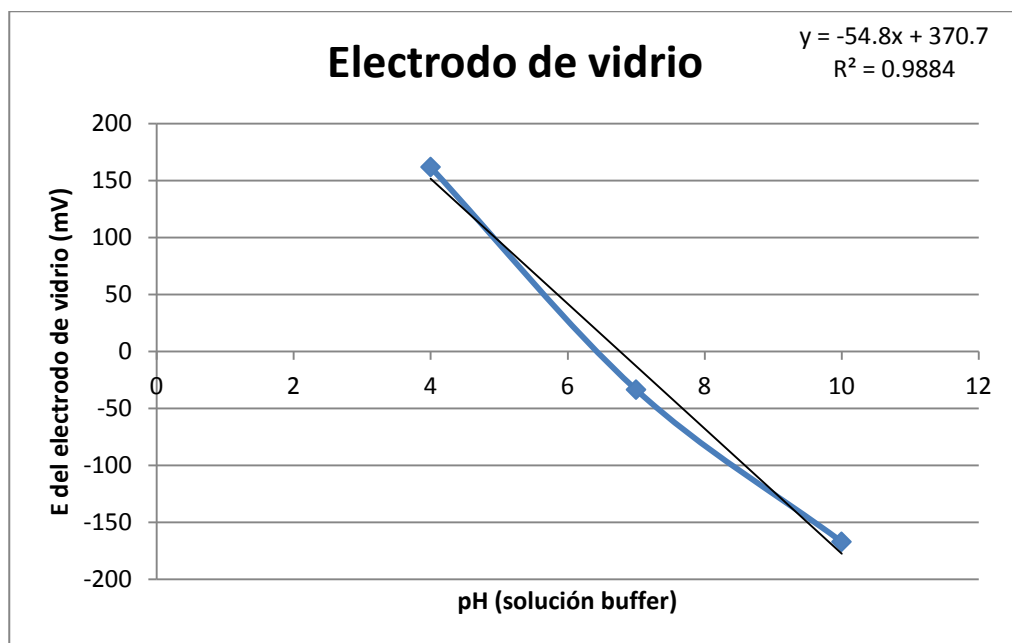


Figura 18.

- b) Resultados de la comparación del Electrodo Electropulido utilizado como indicador y como referencia un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$ ; comparándolo con un alambre de Platino (Pt) utilizándolo como electrodo indicador y utilizando como referencia un electrodo de  $\text{Ag}^0/\text{AgCl}$ .

Tabla No. 7

## Electrodo Electropulido

$V_{EDTA}$ (mL)	E (mV)	$V_{EDTA}$ (mL)	E (mV)
<b>0</b>	426	<b>1.05</b>	393
<b>0.1</b>	426	<b>1.1</b>	333
<b>0.2</b>	425	<b>1.15</b>	297
<b>0.3</b>	425	<b>1.2</b>	284
<b>0.4</b>	424	<b>1.3</b>	276
<b>0.5</b>	423	<b>1.4</b>	267
<b>0.6</b>	423	<b>1.5</b>	264
<b>0.7</b>	419	<b>1.6</b>	262
<b>0.8</b>	417	<b>1.7</b>	260
<b>0.9</b>	414	<b>1.8</b>	258
<b>0.95</b>	412	<b>1.9</b>	258
<b>1</b>	403	<b>2</b>	256

Tabla No. 8

## Alambre de Pt

$V_{EDTA}$ (mL)	E (mV)	$V_{EDTA}$ (mL)	E (mV)
<b>0</b>	498	<b>1.05</b>	206
<b>0.1</b>	498	<b>1.1</b>	141
<b>0.2</b>	498	<b>1.15</b>	130
<b>0.3</b>	497	<b>1.2</b>	170
<b>0.4</b>	496	<b>1.3</b>	165
<b>0.5</b>	494	<b>1.4</b>	173
<b>0.6</b>	492	<b>1.5</b>	197
<b>0.7</b>	487	<b>1.6</b>	201
<b>0.8</b>	481	<b>1.7</b>	206
<b>0.9</b>	470	<b>1.8</b>	212
<b>0.95</b>	462	<b>1.9</b>	214
<b>1</b>	450	<b>2</b>	216

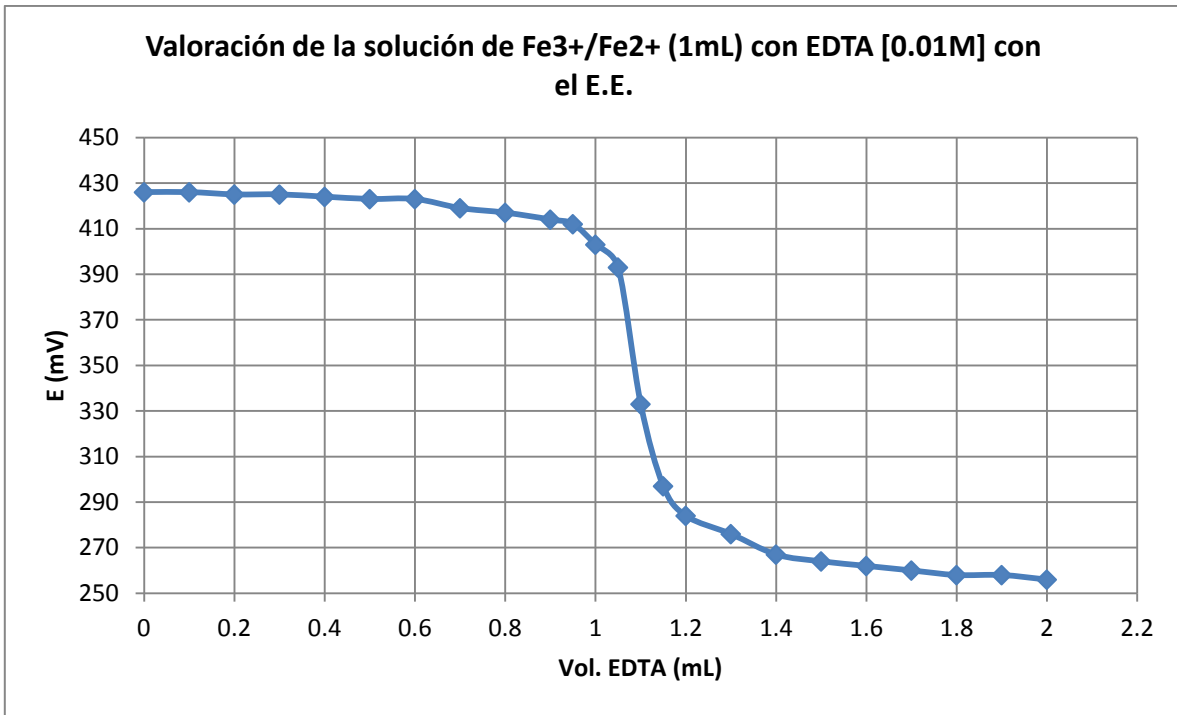


Figura 19.

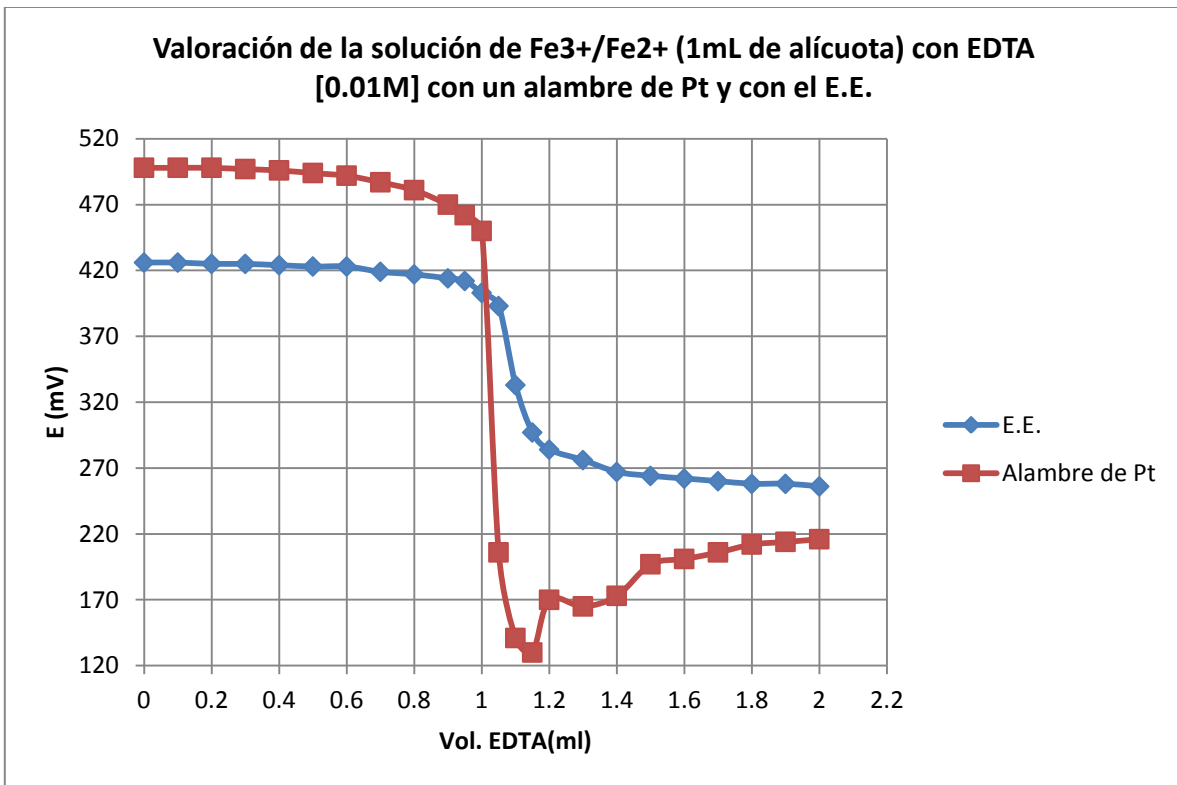


Figura 20.

c) Prueba del Electrodo Electropulido como electrodo indicador y electrodo de referencia

En cada una de las siguientes valoraciones se agregó 1mL de alícuota de la solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ .

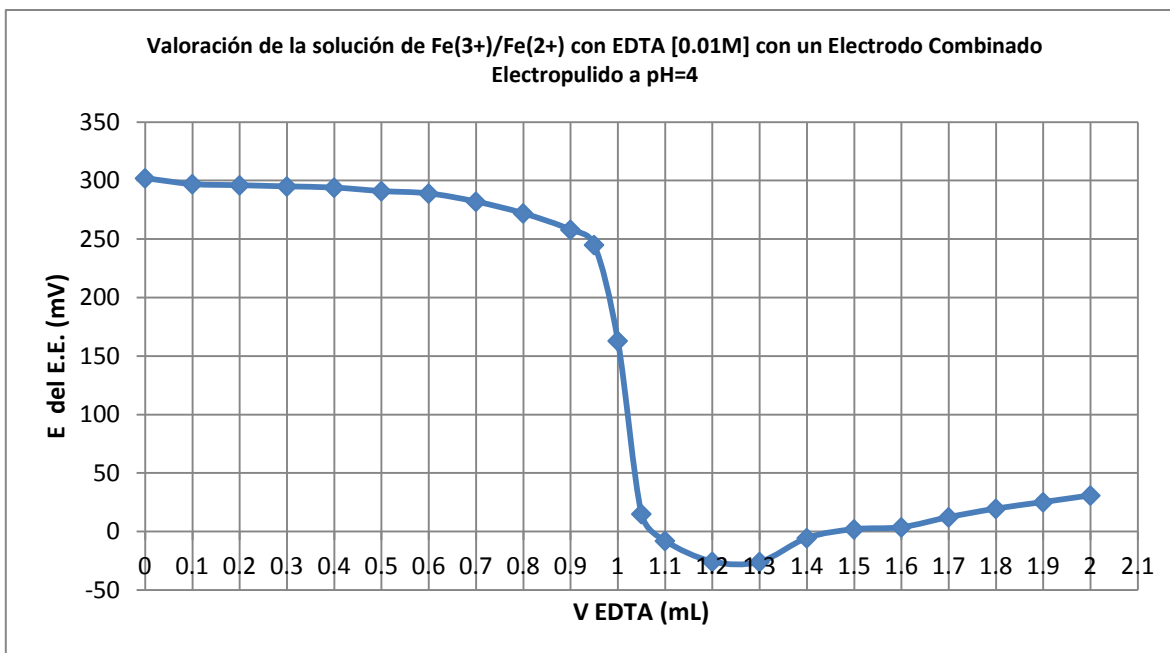


Figura 21.

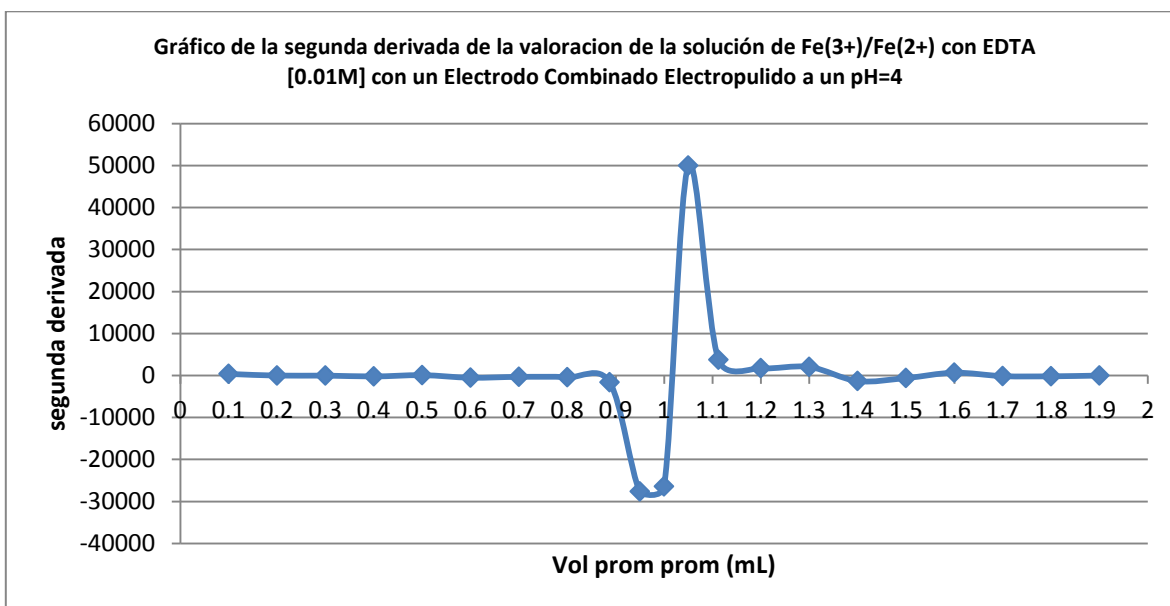


Figura 22.



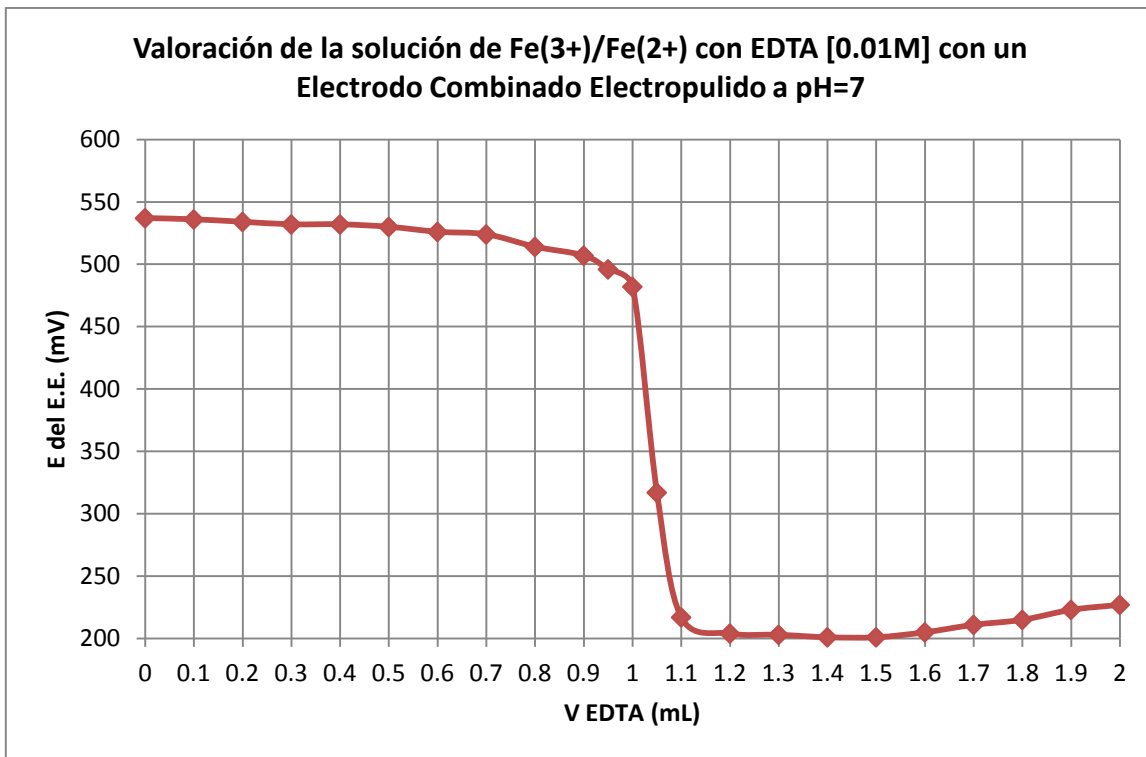


Figura 23.

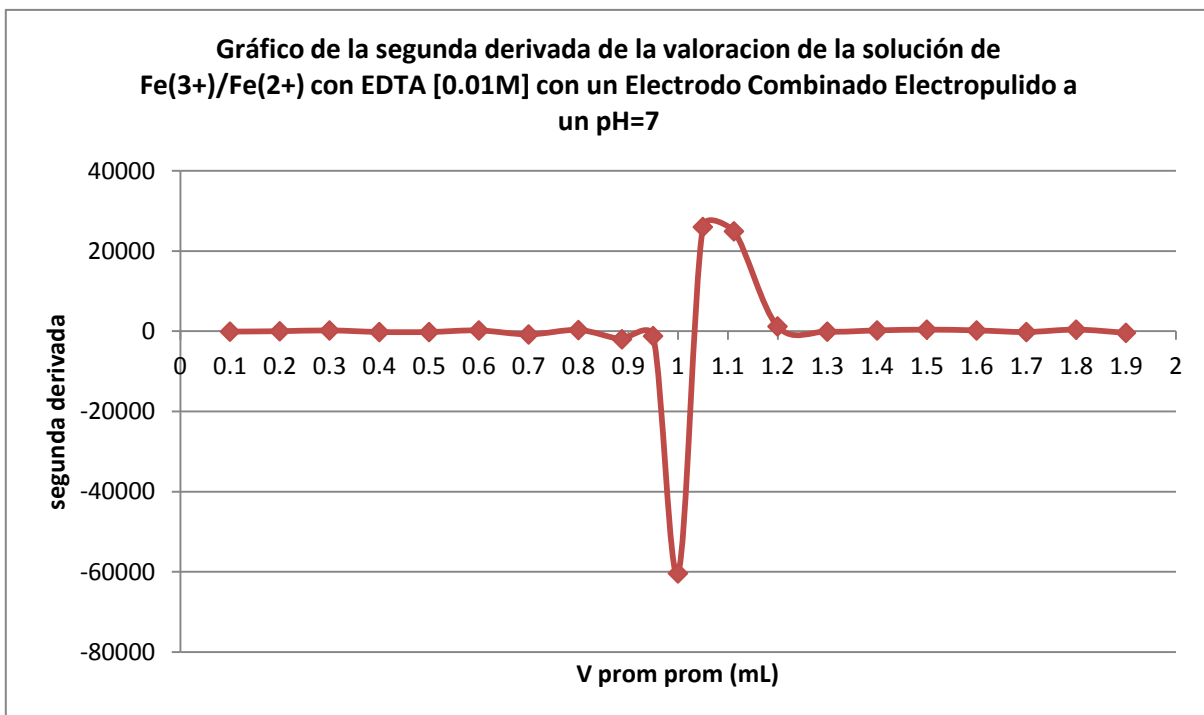


Figura 24.

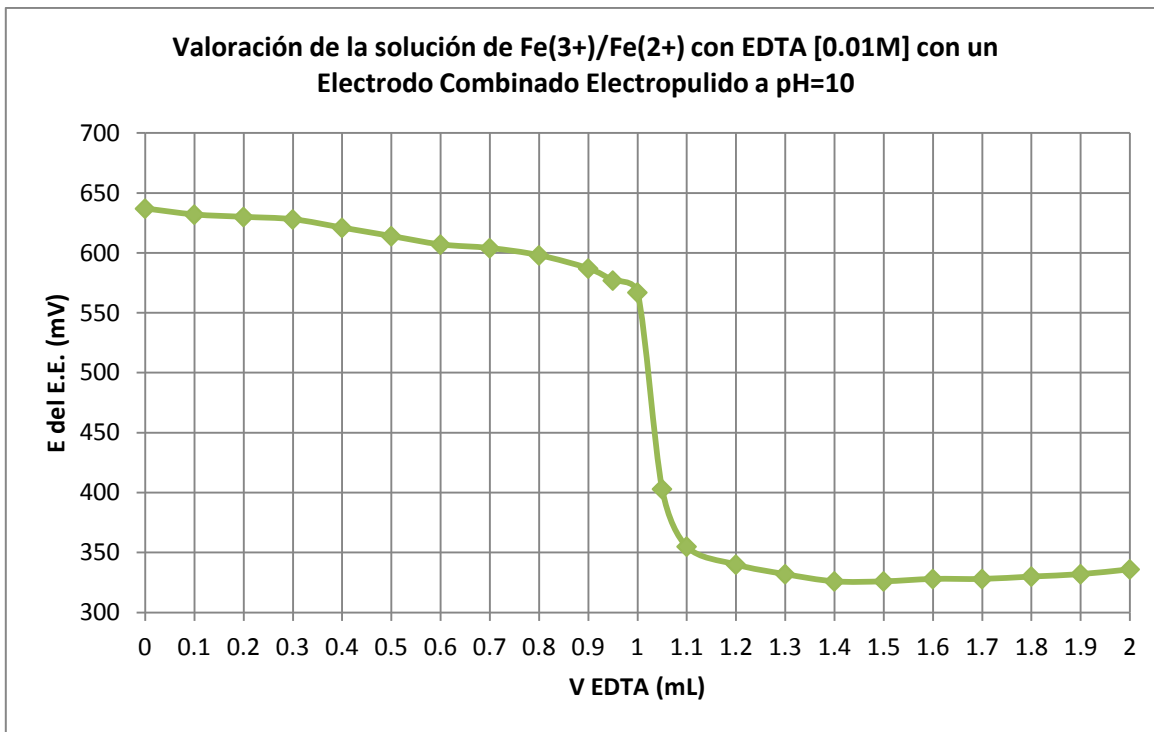


Figura 25.

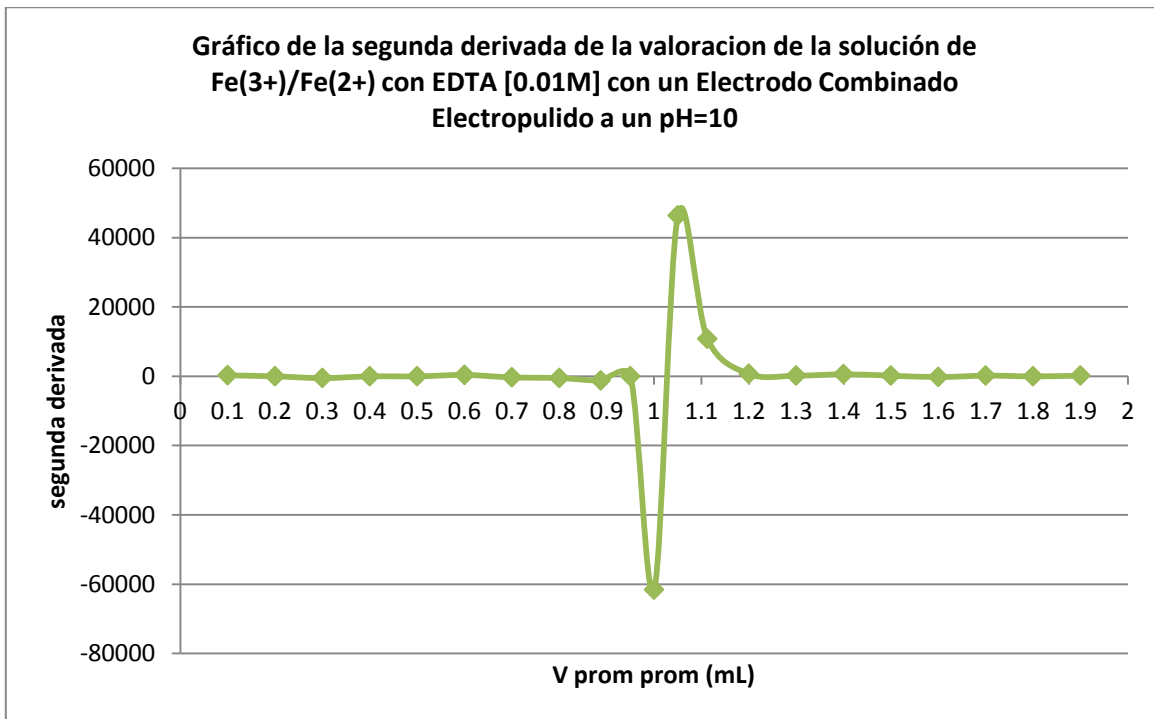
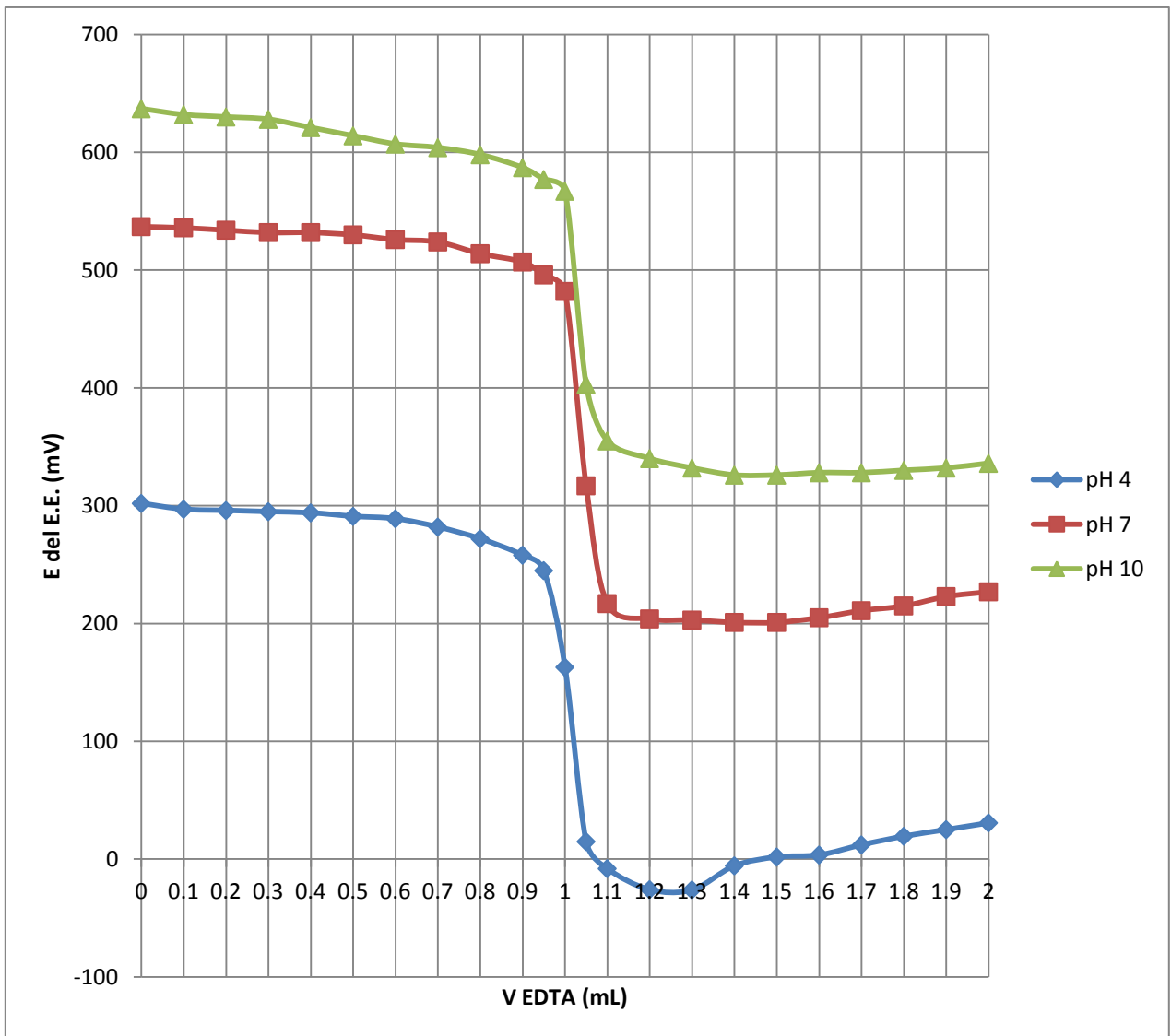


Figura 26.



Comparación de las valoraciones de la solución de  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$  con EDTA [0.01M] con un Electrodo Combinado Electropulido de Acero Inoxidable 316.

Figura 27.

d) Comparación del Electrodo Comercial de Platino con respecto al Electrodo Combinado Electropulido (con un pH buffer igual a 10) valorando la misma alícuota.

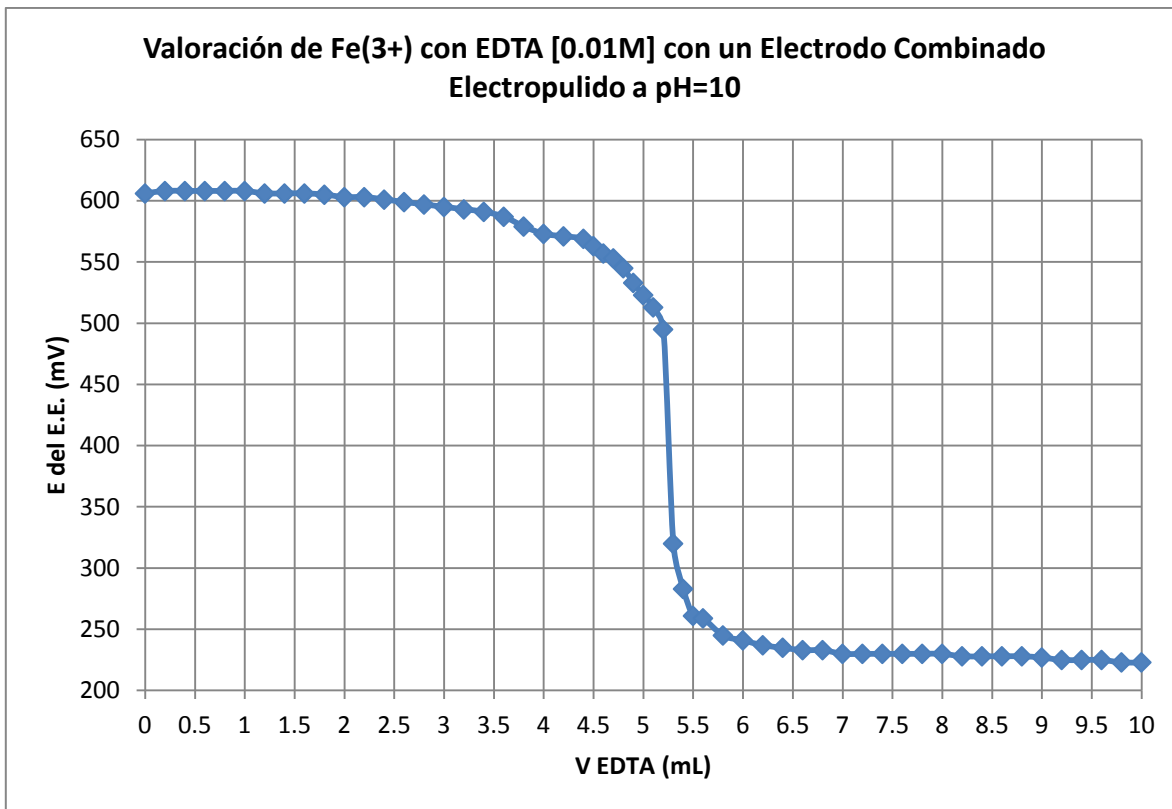


Figura 28.

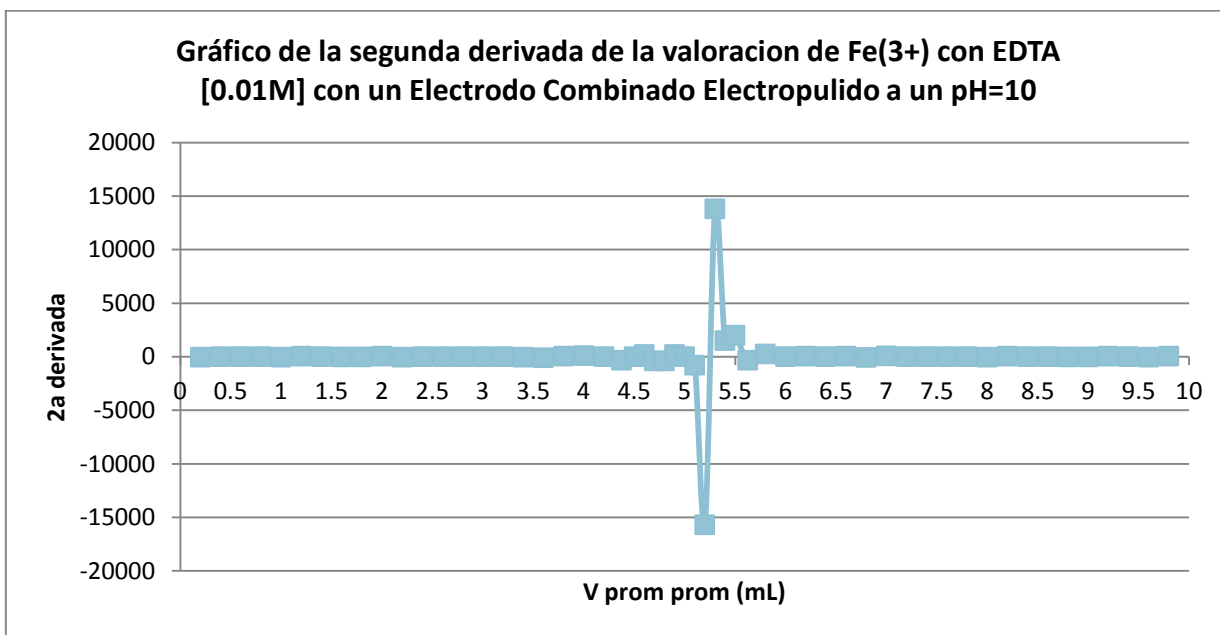


Figura 29.

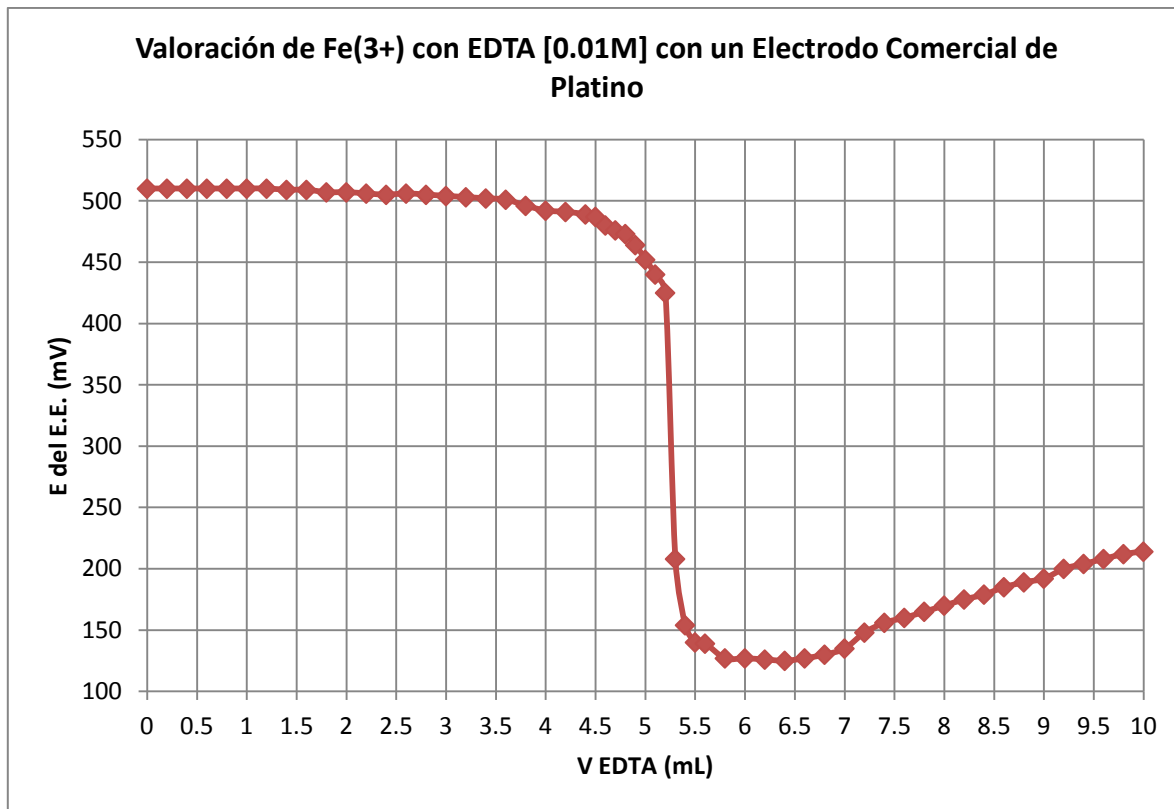


Figura 30.

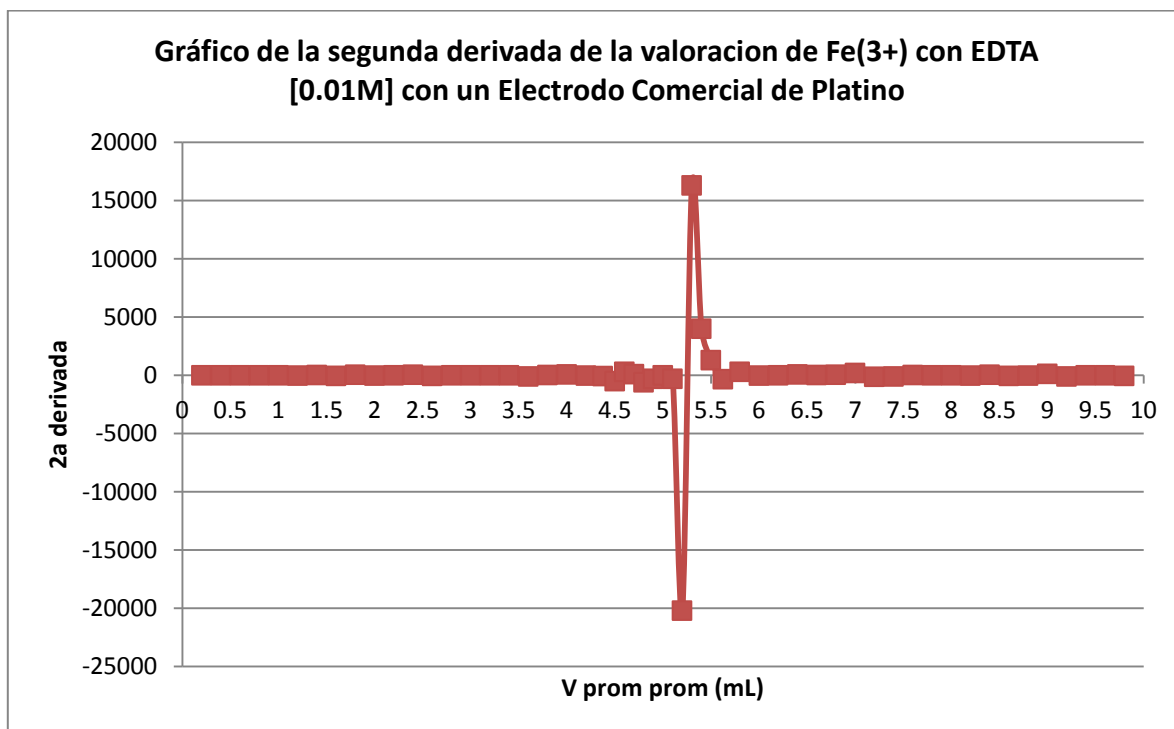


Figura 31.

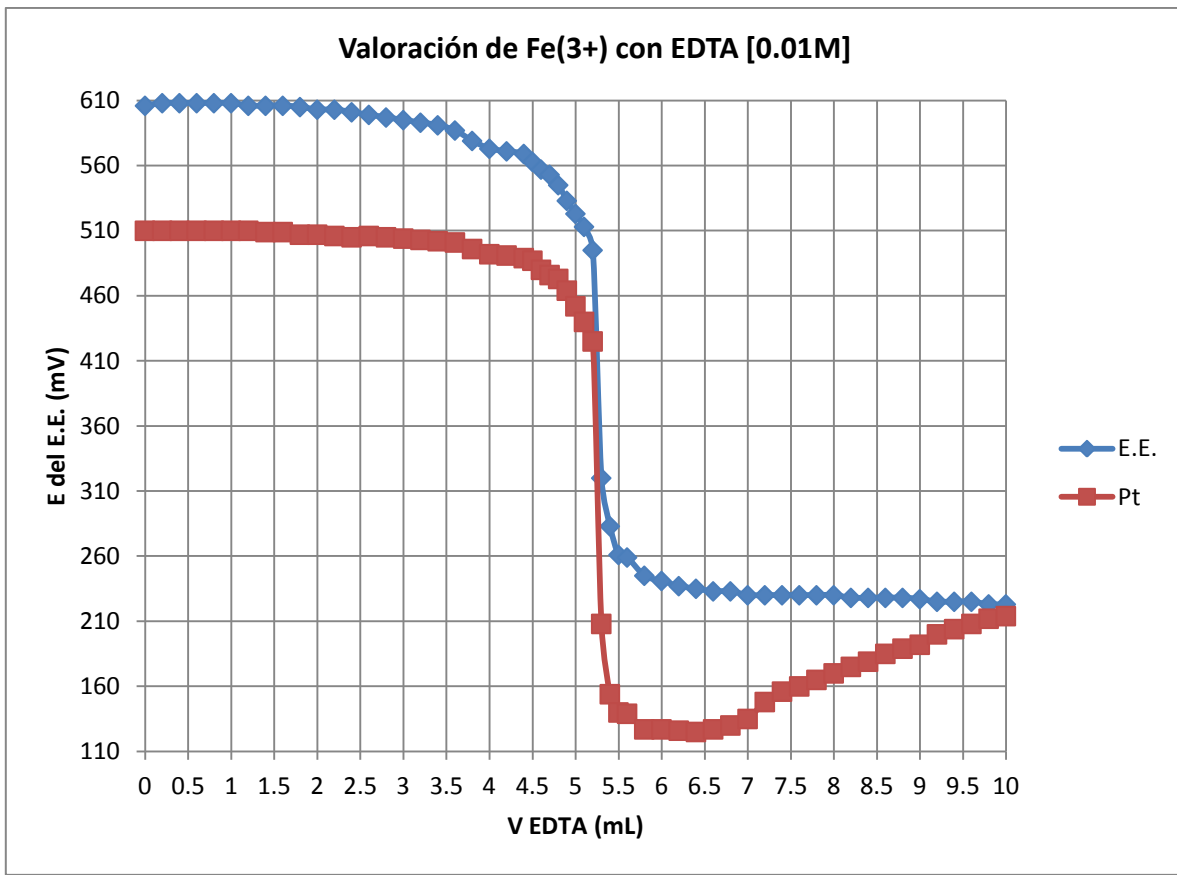


Figura 32.

Las tablas No. 1 a No. 5 muestran los datos condensados de las valoraciones mencionadas con anterioridad en donde el volumen de punto de equivalencia viene representado como (V.P.E.), el Electrodo Electropulido Combinado es representado como (E.E.) y la desviación estándar medida es ( $\sigma$ ). El V.P.E. para cada valoración, se determinó por medio del método de la segunda derivada.

1) Valoración de NaOH 0.1M con HCl 0.1M con un electrodo de vidrio comercial.

Tabla No. 9

Valoración	V.P.E. del Electrodo de Vidrio
1	4.7
2	4.75
3	4.75
4	4.75
5	4.75
Promedio	<b>4.74</b>
$\sigma$	<b>0.022</b>

Tabla No. 10

Valoración de NaOH con HCl 0.1M	Volumen Obtenido de HCl (V.P.E.) (mL)	Molaridad Experimental de NaOH $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado de NaOH (mL)	Milimoles Experimentales de NaOH Obtenidos	Milimoles Teóricos de NaOH	Peso Molecular del NaOH	mg Teóricos	mg Obtenidos	% de Error
Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M	4.7	0.094	5.0	0.47	0.5	40	20	18.8	6
Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M	4.75	0.095	5.0	0.475	0.5	40	20	19	5
Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M	4.75	0.095	5.0	0.475	0.5	40	20	19	5
Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M	4.75	0.095	5.0	0.475	0.5	40	20	19	5
Ácido Clorhídrico HCl 0.1 M	4.75	0.095	5.0	0.475	0.5	40	20	19	5
							<b>Promedio</b>		<b>5.2</b>

2) Valoración de EDTA 0.01M con NaOH 0.00948M con un electrodo de vidrio comercial.

Tabla No. 11

Valoración	V.P.E. del Electrodo de Vidrio
1	5.1
2	5.2
3	5.2
4	5.15
5	5.2
Promedio	<b>5.17</b>
$\sigma$	<b>0.044</b>

Tabla No. 12

Valoración de EDTA con NaOH 0.00948M	Volumen Obtenido de NaOH (V.P.E.) (mL)	Molaridad Experimental de EDTA $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado de EDTA (mL)	Milimoles Experimentales de EDTA Obtenidos	Milimoles Teóricos de EDTA	Peso Molecular del EDTA	mg Teóricos	mg Obtenidos	% de Error
Hidróxido de Sodio NaOH 0.00948M	5.1	0.00967	5.0	0.048	0.05	372.2	18.61	17.99	<b>3.3</b>
Hidróxido de Sodio NaOH 0.00948M	5.2	0.00986	5.0	0.049	0.05	372.2	18.61	18.35	<b>1.4</b>
Hidróxido de Sodio NaOH 0.00948M	5.2	0.00986	5.0	0.049	0.05	372.2	18.61	18.35	<b>1.4</b>
Hidróxido de Sodio NaOH 0.00948M	5.15	0.00976	5.0	0.0488	0.05	372.2	18.61	18.17	<b>2.35</b>
Hidróxido de Sodio NaOH 0.00948M	5.2	0.00986	5.0	0.049	0.05	372.2	18.61	18.35	<b>1.4</b>
							<b>Promedio</b>		<b>1.97</b>



3) Valoración de  $\text{Fe}^{3+}$  0.01M con EDTA 0.0098M con un Electrodo de Platino Comercial.

Tabla No. 13

Valoración	V.P.E. del Electrodo de Pt
1	4.9
2	5.1
3	5.15
4	5.15
5	5.15
Promedio	<b>5.09</b>
$\sigma$	<b>0.108</b>

Tabla No. 14

Valoración de $\text{Fe}^{3+}$ con EDTA 0.0098M	Volumen Obtenido de EDTA (V.P.E.) (mL)	Molaridad Experimental de $\text{Fe}^{3+}$ $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado de $\text{Fe}^{3+}$ (mL)	Milimoles Experimentales de $\text{Fe}^{3+}$ Obtenidos	Milimoles Teóricos de $\text{Fe}^{3+}$	Peso Molecular del $\text{Fe}^{3+}$	mg Teóricos	mg Obtenidos	% de Error
EDTA 0.0098 M	4.9	0.0096	5.0	0.048	0.05	55.8	2.79	2.68	4
EDTA 0.0098 M	5.1	0.0099	5.0	0.049	0.05	55.8	2.79	2.78	0.04
EDTA 0.0098 M	5.15	0.01009	5.0	0.0505	0.05	55.8	2.79	2.82	1
EDTA 0.0098 M	5.15	0.01009	5.0	0.0505	0.05	55.8	2.79	2.82	1
EDTA 0.0098 M	5.15	0.01009	5.0	0.0505	0.05	55.8	2.79	2.82	1
							<b>Promedio</b>		<b>1.4</b>

- 4) Comparación del Electrodo Comercial de Platino con respecto al Electrodo Combinado Electropulido (con un pH buffer de 10) valorando la misma alícuota.

Electrodo de Platino Comercial

Tabla No. 15

Valoración	V.P.E. del Electrodo de Pt
1	5.15
2	5.25
3	5.25
4	5.25
5	5.25
Promedio	<b>5.23</b>
$\sigma$	<b>0.045</b>

Tabla No. 16

Valoración de Fe <sup>3+</sup> con EDTA 0.01M	Volumen Obtenido de EDTA (V.P.E.) (mL)	Molaridad Experimental de Fe <sup>3+</sup> $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado de Fe <sup>3+</sup> (mL)	Milimoles Experimentales de Fe <sup>3+</sup> Obtenidos	Milimoles Teóricos de Fe <sup>3+</sup>	Peso Molecular del Fe <sup>3+</sup>	mg Teóricos	mg Obtenidos	% de Error
EDTA 0.0098 M	5.15	0.01009	5.0	0.0505	0.05	55.8	2.79	2.81	0.94
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
							<b>Promedio</b>		<b>2.9</b>

Electrodo Electropulido Combinado.

Tabla No. 17

Valoración	V.P.E. del E.E.
1	5.2
2	5.25
3	5.3
4	5.25
5	5.25
6	5.25
7	5.25
8	5.25
9	5.25
10	5.25
Promedio	<b>5.25</b>
$\sigma$	<b>0.023</b>

Tabla No. 18

Valoración de Fe <sup>3+</sup> con EDTA 0.0098M	Volumen Obtenido de EDTA (V.P.E.) (mL)	Molaridad Experimental de Fe <sup>3+</sup> $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado de Fe <sup>3+</sup> (mL)	Milimoles Experimentales de Fe <sup>3+</sup> Obtenidos	Milimoles Teóricos de Fe <sup>3+</sup>	Peso Molecular del Fe <sup>3+</sup>	mg Teóricos	mg Obtenidos	% de Error
EDTA 0.0098 M	5.2	0.0102	5.0	0.051	0.05	55.8	2.79	2.84	1.92
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.3	0.0104	5.0	0.052	0.05	55.8	2.79	2.9	3.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
EDTA 0.0098 M	5.25	0.0103	5.0	0.0515	0.05	55.8	2.79	2.87	2.9
							<b>Promedio</b>	<b>2.9</b>	

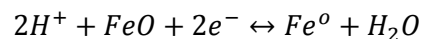
## 5. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Como se mencionó al inicio el 68.5% la composición del acero 316 es Hierro (Fe) y al conectarlo a una fuente de poder, sumergirlo en tinta ácida (la cuál es una solución altamente oxidante) y aplicarle una intensidad de corriente provocamos la oxidación de este elemento y formamos una capa de  $Fe_2O_3$  (óxido férrico) y de  $FeO$  (óxido ferroso). Debido a este proceso de oxidación que sufre el acero 316, hacemos que el potencial de oxidación de este acero se recorra hacia la derecha, haciéndolo menos atacable y menos oxidable. Lo cual permite cumplir con algunas características que debe tener un electrodo para que pueda medir  $\Delta E$ .

El funcionamiento del Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido se puede explicar de la siguiente manera:

Electrodo de referencia.

Recordemos que este electrodo se encuentra sumergido en una solución buffer de 10, lo cual nos establece un pH constante y con la siguiente reacción de Oxido-Reducción explicamos el potencial constante que nos establece este electrodo.



De la ecuación de Nernst

$$E = E^o + \frac{0.059}{n} \log [H^+]^2$$

$$E = \underbrace{E^o}_k + \frac{0.059}{\underbrace{2}_k} \log \underbrace{[H^+]^2}_k$$

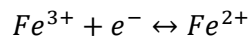
En donde el potencial del electrodo de referencia permanece sin ninguna variación, debido a que del lado derecho de la igualdad todo es una constante.

Electrodo Indicador.

Como se mencionó con anterioridad se valoró una solución de  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$ , de esta manera tenemos el par redox.

El  $Fe^{2+}$  no intervino en la reacción de complejación con el EDTA, debido a dos factores que fueron controlados. La primera es la zona de predominio del EDTA, en la cual predomina la especie  $H_3Y^-$ , y la segunda es la baja concentración de  $Fe^{2+}$  la cual es 1:10 con respecto al  $Fe^{3+}$ .

De ahí podemos concluir que la respuesta en el potenciómetro es debió a la disminución de la concentración del ión  $Fe^{3+}$  en la solución.



$$E = E^o + 0.059 \log \frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]}$$

Esto se puede ver comprobado en el comportamiento de las gráficas, debido a que empiezan con un potencial dado y a medida que valoramos con el EDTA se va acomplejando el  $Fe^{3+}$  y por consiguiente disminuya su concentración en solución y el potencial del electrodo indicador va reduciéndose.

En la valoración de  $\text{Fe}^{3+}$  con EDTA con un el Electrodo Combinado Electropulido (E.E.) y un Electrodo Comercial de Platino (Pt) podemos observar tanto en la gráfica de la segunda derivada como en la gráfica del potencial (E) vs el volumen agregado de EDTA, como el punto de equivalencia en ambos electrodos coincide; sin embargo, las lecturas de los potenciales en cada valoración no son las mismas, debido a que el rango de electroactividad del Electrodo de Platino es mayor al del E.E.

Como podemos observar en las tablas No. 17 y 18 el electrodo elaborado muestra una precisión en los resultados, lo cual lo podemos observar en la desviación estándar y también muestra exactitud, debido a que el porcentaje de error es bajo.

## **6. CONCLUSIONES**

Se construyó de manera exitosa el Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido.

El Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido pudo ser utilizado en valoraciones complejométricas, dando una señal de respuesta similar a la de un Electrodo de Platino comercial.

Por medio de la prueba estadística de  $t$  de Student se pudo corroborar que el Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido no presenta diferencia significativa con el electrodo comercial de Platino ya que la  $t$  de student calculada ( $t = 1.154$ ) es menor a la  $t$  de Student que se encuentra en tablas ( $t = 2.306$ ) a un nivel de confianza del 95 % por lo que es equivalente utilizar el Electrodo Electropulido elaborado en lugar del Electrodo Comercial de Platino.

El Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido tiene un costo de elaboración de alrededor de 10 USD mientras que el Electrodo de Platino comercial tiene un costo de alrededor de 230 USD y debido a su forma y construcción es posible realizar valoraciones utilizando volúmenes de un mililitro de alícuota e incluso menores.

Esta tecnología realizada además de ser innovadora y de bajo costo en comparación a la tecnología existente, implica una reducción significativa en el volumen de alícuota a valorar, también implica una reducción en el consumo de reactivos analíticos, reducción de residuos y por consiguiente un menor impacto ambiental. Cabe mencionar que esta tecnología fue desarrollada en la Universidad Nacional Autónoma de México en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

Podemos asegurar debido a los resultados y a la respuesta del Electrodo combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido que se logra la formación de una capa de óxidos sobre el alambre.



## 7. ANEXO

### 7.1 La $t$ de Student

Las medidas experimentales siempre tienen alguna variabilidad, por lo que no se pueden sacar conclusiones exactas. La estadística nos proporciona herramientas para aceptar conclusiones que tienen una alta probabilidad de ser correctas y de rechazar las conclusiones que no lo son.

Si un experimento se repite un gran número de veces, y los errores son puramente aleatorios, los resultados tienden a agruparse simétricamente en torno al valor medio. Cuantas más veces se repita el experimento, más se acercan los resultados a una curva ideal llamada distribución de Gauss. En general en el laboratorio no se pueden hacer tantos experimentos. De una pequeña serie de resultados podemos estimar los parámetros estadísticos que caracterizan una serie grande. Podemos hacer estimaciones del comportamiento estadístico a partir de un pequeño número de medidas.

La  $t$  de Student se usa muy frecuentemente para expresar intervalos de confianza, y para comparar los resultados de diferentes experimentos<sup>6</sup>.

### 7.2 Intervalos de Confianza

A partir de un número limitado de mediciones es imposible encontrar la media real de la población ( $\mu$ ), o la desviación estándar real ( $\sigma$ ). Lo que podemos determinar son la media de la muestra ( $\bar{x}$ ) y la desviación estándar de la muestra ( $s$ ). El intervalo de confianza expresa que la media real ( $\mu$ ) debe probablemente situarse a cierta distancia de la media medida ( $\bar{x}$ ). El intervalo de confianza está dado por la siguiente expresión.

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$$

Donde  $s$  es la desviación estándar medida,  $n$  es la cantidad de observaciones y  $t$  es el número denominado  $t$  de Student.

En la siguiente tabla se presentan valores de  $t$  para diversos grados de libertad.

Nivel de confianza (%)					
Grados de Libertad	50	80	90	95	99
1	1.000	3.078	6.314	12.706	63.657
2	0.816	1.886	2.920	4.303	9.925
3	0.765	1.638	2.353	3.182	5.841
4	0.741	1.533	2.132	2.776	4.604
5	0.727	1.476	2.015	2.571	4.032
6	0.718	1.440	1.943	2.447	3.707
7	0.711	1.415	1.895	2.365	3.500
8	0.706	1.397	1.860	2.306	3.355
9	0.703	1.383	1.833	2.262	3.250
10	0.700	1.372	1.812	2.228	3.169
15	0.691	1.341	1.753	2.131	2.947
20	0.687	1.325	1.725	2.086	2.845
$\infty$	0.674	1.282	1.645	1.960	2.576

Nota: los grados de libertad son  $n-1$  para la tabla anterior<sup>5</sup>.

Las pruebas estadísticas solo proporcionan orientación expresada en la forma de probabilidades.

No eximen de la responsabilidad de interpretar los resultados, ni de tomar la decisión de aceptar o rechazar una conclusión.

### 7.3 Comparación de Medidas

Algunas veces se requiere comparar los resultados de dos pruebas a fin de saber si son “iguales” o “diferentes”. Para ello se aplica la *prueba t* utilizando la *t* de Student.

Comparación de Mediciones Repetidas.

Para los dos conjuntos de datos se calcula un valor de *t* mediante la fórmula:

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

Donde

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum(x_j - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

El valor de *s* es una desviación estándar combinada que se obtiene con las dos series de datos. El valor de *t* obtenido debe compararse con el valor de *t* tabulado en la tabla anterior para  $n_1 + n_2 - 2$  grados de libertad. Si el valor de *t* calculado es mayor que el valor de *t* tabulado, las dos series de resultados son significativamente diferentes para el nivel de confianza considerado<sup>6</sup>.

Para tener un 95% de certeza en los resultados obtenidos con el Electrodo Combinado de Acero Inoxidable 316 Electropulido se realizaron los siguientes cálculos:

Datos:

Volumen de punto de equivalencia (V.P.E.) en la valoración de  $\text{Fe}^{3+}$  con EDTA.

	E.E.	Pt
	5.2	5.15
	5.25	5.25
	5.3	5.25
	5.25	5.25
	5.25	5.25
<b>Promedio</b>	<b>5.25</b>	<b>5.23</b>
<b>n</b>	<b>5</b>	<b>5</b>
<b>s</b>	<b>0.035</b>	<b>0.044</b>

Comparación de Mediciones Repetidas.

Para los dos conjuntos de datos se calcula un valor de  $t$  mediante la fórmula:

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

Donde

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum(x_j - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Sustituyendo los datos obtenidos:

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x_{E.E.} - 5.25)^2 + \sum(x_{Pt} - 5.23)^2}{5 + 5 - 2}} = 0.0316$$

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}} = \frac{5.25 - 5.23}{0.0316} \sqrt{\frac{5 * 5}{5 + 5}} = 1.154$$

$$t = 1.154$$

## **8. BIBLIOGRAFÍA**

1. Ayres, Gilbert H. *"Análisis Químico Cuantitativo"*, Oxford University Press, México, 1968. Pág. 522-523.
2. Tesis por: Ada Gabriela Pohlenz Pérez. *Microvaloraciones acido base, Redox y complejométricas utilizando potenciómetros y multímetros como sistema de medición*. Cuautitlán Izcalli, Edo. De México, 2010.
3. Skoog, Douglas A. et. al. *"Análisis Instrumental"*, Interamericana, México, 1986. Pág. 562-591.
4. Willard, Hobart H. *"Métodos Instrumentales de análisis"*, Continental, México, 1984. Pág. 607-610.
5. Harris, Daniel. *"Análisis químico cuantitativo"*, 3ª edición, Editorial Reverté, España, 2007.
6. Tesis por: Martha Klingeman Silva. *Elaboración y Evaluación del Electrodo de Acero Inoxidable 316 Electropulido Indicador en Titulaciones Redox de Soluciones que involucran al Hierro*. Cuautitlán Izcalli, Edo. De México, 2004.
7. Manuel Alberti. El verdadero Pulido Sanitario. 25 de Febrero del 2013.  
<http://www.inoxidable.com/electropulido.htm>