



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN**

**MICROVALORACIONES COMPLEJOMÉTRICAS DE SULFATO FERRICO
AMONIACAL ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) CON EDTA USANDO UN ELECTRODO COMBINADO
POSAL-POSAL**

**PARA OBTENER EL TITULO DE:
LICENCIADO EN INGENIERÍA QUÍMICA**

**PRESENTA:
JESÚS EDUARDO BADILLO SOLÍS**

**ASESOR:
Dr. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA**

**COASESOR:
Q. SONIA RINCÓN ARCE**

CUAUTITLÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO, 2016



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.



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

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

**M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
PRESENTE**

**ATN: M. EN A. ISMAEL HERNÁNDEZ MAURICIO
Jefe del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.**

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

Microvaloraciones Complejométricas de sulfato férrico amoniacal ($FeNH_4(SO_4)_2$) con EDTA usando un electrodo combinado Posai-Posai.

Que presenta el pasante: Jesús Eduardo Badillo Solís

Con número de cuenta: 409094066 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

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

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 28 de Octubre de 2015.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dr. José de Jesús Pérez Saavedra	
VOCAL	Q.F.B. Delia Reyes Jaramillo	
SECRETARIO	Dr. Julio Cesar Botello Pozos	
1er. SUPLENTE	Q.F.B. Leticia Badillo Solís	
2do. SUPLENTE	Q.F.B. Dalia Bonilla Martínez	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

IHM/mmgm*

DEDICATORIA

Principalmente a mi DIOS quién supo guiarme por el buen camino, darme fuerzas para seguir adelante y no desmayar en los problemas que se presentaban, enseñándome a encarar las adversidades sin perder nunca la dignidad ni desfallecer en el intento.

A mi MADRE que ha sabido formarme con buenos sentimientos, hábitos y valores, lo cual me ha ayudado a salir adelante en los momentos más difíciles, por su apoyo incondicional y la motivación para llevar esto a cabo.

A mi HERMANO José Luis que siempre ha estado junto a mí, brindándome su apoyo, dándome consejos, guiándome, llevándome por el buen camino y siendo como un PADRE.

A mi ESPOSA Lety por brindarme su apoyo incondicional, siempre para salir adelante juntos de la mano y por compartir conmigo buenos y malos momentos. A tu lado son más fáciles las cosas. TE AMO.

A mi HIJO José Hadi por haber llegado a mi vida y darme las fuerzas necesarias para salir adelante y ser un buen ejemplo para él.

Agradezco a la UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MÉXICO por haberme aceptado y ser parte de ella, abriendo las puertas de su seno científico para poder estudiar mi carrera, así como también a los diferentes docentes que brindaron sus conocimientos y su apoyo para seguir adelante día a día.

Agradezco de todo corazón a mis TUTORES, el Doctor José de Jesús Pérez Saavedra y la Química Sonia Rincón Arce, gracias por su paciencia, dedicación, motivación, criterio y aliento. Han hecho fácil lo difícil. Ha sido un privilegio poder contar con su guía y ayuda.

Al igual agradezco al Sr. Draucin Jiménez Colín por el apoyo que me brindo al realizar el corte y diseño en vidrio que lleva el electrodo POSAI-POSAI.

Y para finalizar, agradezco a mis HERMANOS Gaby, León, Lety. A mi demás FAMILIA y a mis AMIGOS por su apoyo a lo largo de este camino.

Trabajo realizado con el apoyo del programa UNAM-DGAPA-PAPIME; PE201214

ÍNDICE

1. OBJETIVOS
 - 1.1 Objetivo General
 - 1.2 Objetivos Específicos
2. INTRODUCCIÓN
3. GENERALIDADES
4. METODOLOGÍA
 - 4.1 MATERIAL Y EQUIPO
 - 4.2 TRATAMIENTO PARA FORMAR LA CAPA DE ÓXIDO AL ACERO 316
 - 4.3 DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LA LINEALIDAD DE LOS DOS ELECTRODOS DE ACERO 316 PREVIAMENTE TRATADOS.
 - 4.3.1 PROCEDIMIENTO
 - 4.3.2 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS
 - 4.3.3 TABLA DE RESULTADOS GENERALES
 - 4.3.4 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA LINEALIDAD DEL ELECTRODO POSAI-POSAI
 - 4.4 VALORACIONES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (H_3PO_4) CON HIDROXIDO DE SODIO (NAOH) SIN UNIR LOS ELECTRODOS
 - 4.4.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS
 - 4.4.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS
 - 4.4.3 ANALISIS DE RESULTADO DE LA VALORACION DE ÁCIDO FOSFÓRICO CON HIDROXIDO DE SODIO (SIN UNIR)
 - 4.5 UNIÓN DE LOS ELECTRODOS Y ESTRUTURACIÓN DEL ELECTRODO COMBINADO POSAI-POSAI
 - 4.5.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS
 - 4.5.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS
 - 4.5.3 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA VALORACION DE ÁCIDO FOSFÓRICO (UNIDO)
 - 4.6 VALORACIONES COMPLEJOMÉTRICAS DE EDTA Y SULFATO FÉRRICO AMONIACAL ($FeNH_4(SO_4)_2$)
 - 4.6.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS
 - 4.6.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS
 - 4.6.3 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA VALORACION DE EDTA CON SULFATO FÉRRICO AMONICAL.
5. CONCLUSIONES
6. BIBLIOGRAFÍA
7. ANEXOS

1.- OBJETIVOS

1.1 Objetivo General

Elaborar un electrodo combinado POSAI-POSAI que pueda ser utilizado en microvaloraciones potenciométricas de Sulfato Férrico Amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) con EDTA, como un electrodo alternativo al electrodo comercial de platino para proponer técnicas analíticas que disminuyan costos de operación y formación de residuos.

1.2 Objetivos Específicos

- 1.2.1 Determinar la eficiencia de cada electrodo POSAI elaborado mediante la valoración de ácido fosfórico con hidróxido de sodio para estructurar un electrodo combinado POSAI-POSAI
- 1.2.2 Utilizar el electrodo combinado POSAI-POSAI en el seguimiento de la microvaloración de Sulfato Férrico Amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) con EDTA a pH amortiguado.
- 1.2.3 Comparar estadísticamente el comportamiento del electrodo POSAI-POSAI contra el de platino para determinar la posible sustitución del electrodo elaborado por el de platino.

2.- INTRODUCCIÓN

La naturaleza de las sustancias es uno de los temas más estudiados por la química, ya que de acuerdo a ésta, los tipos de reacciones se determinan de acuerdo a la forma en la que se representan los reactivos en un proceso.

La potenciometría es el único método electroquímico en el que se mide directamente un potencial de equilibrio termodinámico en el cual esencialmente no fluye corriente neta. El instrumental necesario para las medidas potenciométricas comprende un electrodo de referencia, un electrodo indicador y un dispositivo de medida de potencial. Es útil para determinar la concentración de una especie electroactiva o de una disolución, empleando dos elementos fundamentales

Algunos de usos más generales son.

1. Determinación cuantitativa selectiva de muchos iones inorgánicos y orgánicos en solución.
2. Determinación de iones en un estado de oxidación específicos dentro de una muestra.
3. Determinación de constantes de estabilidad de complejos.
4. Determinación de velocidades y mecanismos de reacción.
5. Determinación cuantitativa de ácidos y básicos.
6. Determinación cuantitativa de productos de reacción enzimáticos.

Las principales ventajas del método Potenciométrico son su aplicabilidad a soluciones turbias, florescentes, opacas, coloreadas, cuando sean inaplicables o no se pueden obtener indicadores visuales adecuados.

Desde el año de 1990 el Dr. José de Jesús Pérez Saavedra decide llevar a cabo el estudio de la potenciometría con el uso de electrodos alternativos POSAI-POSAI con base a estudios realizados por Japoneses dentro de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

Estos electrodos pueden sustituir a los electrodos comerciales de platino y vidrio. Con el diseño de este tipo de electrodos es posible elaborar montajes experimentales que permitan utilizar mínimas cantidades de reactivos para su estudio, generando menos daño al ambiente, menor cantidad de residuos, menor costo de experimentación, además de que dichos electrodos puedan ser elaborados en nuestros laboratorios.

Uno de mis principales motivos para realizar este estudio es cuantificar el Fe(III) por medio de la elaboración de un electrodo POSAI-POSAI para que pueda sustituir al electrodo de Platino comercial y con esto traerá las ventajas de ser más económico, usar menos reactivos, menos residuos que se produzcan y ayudar al medio ambiente.

3.- GENERALIDADES

POTENCIOMETRÍA

Los métodos potenciométricos de análisis se basan en las medidas del potencial de celdas electroquímicas en ausencia de corrientes apreciables. Dicho de otra manera, los métodos potenciométricos son aquellos que miden la diferencia de potencial entre dos electrodos de una célula galvánica en condiciones de intensidad de corriente cero, siendo su objetivo determinar la concentración de los analitos a partir de los datos de potenciales de electrodo.

Desde el comienzo del siglo XX, las técnicas potenciométricas se han utilizado para la detección de los puntos finales en los métodos volumétricos de análisis. 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 método rápido y conveniente para estimaciones cuantitativas de numerosos aniones y cationes importantes.

El equipo requerido para los métodos potenciométricos es sencillo y económico. Está formado por dos electrodos sumergidos en una disolución y conectados a un pHmetro o voltímetro. Uno de los electrodos es el electrodo indicador, que se escoge de tal manera que el potencial de la semicelda responda a la actividad de la especie en disolución que se quiere determinar. El otro electrodo es el de referencia cuyo potencial permanece invariable en determinadas condiciones.

El potencial de la celda está dado por:

$$E_{\text{celda}} = E_{\text{indicador}} - E_{\text{referencia}} + E_{ij}$$

Siendo E_{ij} el indicador de unión líquida.

CARACTERISTICAS DE LA CELDA ELECTROQUIMICA

En si la celda consta de 4 componentes:

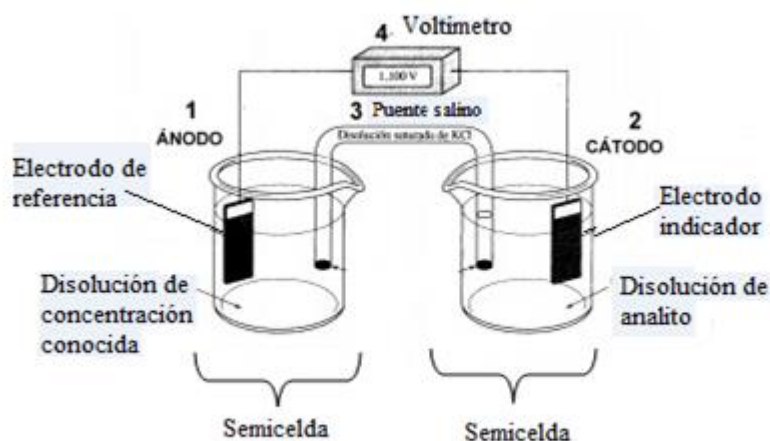
1. Electrodo indicador
2. Electrodo de referencia
3. Puente salino
4. Potenciómetro

Electrodos:

Para ilustrar la función que tienen los electrodos en la celda electroquímica. Se tiene una celda electroquímica en la cual se tiene una disolución que contiene una especie electro activa (analito) cuya concentración se desea medir.

Como el potencial de un electrodo no puede medirse directamente, podemos convertir al analito en una semicelda, introduciendo en su disolución un electrodo, éste electrodo

responde directamente al analito y se *denomina electrodo indicador*, cuyo potencial depende de la composición de la disolución electrolítica (lado derecho del esquema 1).



Esquema 1: Celda electroquímica.

Tomado de: López, Oscar. (2010, Abril 7). Celdas electroquímicas. En : La Guía 2000 [Química].

Conectamos después esta semicélda a una segunda semicélda a través de un puente salino. La segunda semicélda (lado izquierdo de la figura 2) tiene una composición fija, y por tanto tienen potencial constante. Puesto que su potencial es constante, éste electrodo se denomina *electrodo de referencia*.

Puente salino: Es un medio iónico que consta de un tubo en forma de U lleno de gel que contiene KNO_3 u otro electrolito que no participe en la reacción en la semicélda. Conecta a las dos semicéldas.

Potenciómetro: Es el dispositivo de medida que nos proporcionara lecturas de potencial de la celda conforme varia la concentración de analito.

CARACTERISTICAS DE LOS ELECTRODOS

Los potenciales de electrodo miden la fuerza impulsora f.e.m entre las dos semicéldas. La fuerza electromotriz (f.e.m) es capaz de mantener una diferencia de potencial entre dos puntos de un circuito (el cátodo y el ánodo). El potencial de la celda E_{celda} es el diferencial entre el potencial del cátodo y el ánodo.

El potencial estándar de electrodo E° es el potencial de electrodo cuando los reactivos y productos tienen actividad igual a la unidad.

ELECTRODO INDICADOR

El electrodo indicador es de gran importancia en las medidas potenciométricas, ya que debe interactuar con la especie de interés, de manera que su potencial ($E_{\text{indicador}}$) refleje la

actividad de esa especie en disolución y no la de otras especies que se encuentren en la misma muestra, que pueden representar interferencias.

La importancia de disponer de electrodos indicadores que respondan selectivamente a numerosas especies de interés analítico, ha estimulado el desarrollo de los mismos que se pueden clasificar en:

1. Electrodos indicadores metálicos
2. Electrodos selectivos de iones
3. Electrodos de membrana sensibles a los gases
4. Electrodos de membrana biocatalítica: biosensores

ELECTRODO DE REFERENCIA

Con esta definición se conoce a aquel electrodo cuyo potencial de semicelda es conocido, constante y completamente insensible a la composición de la disolución en estudio. Un electrodo de referencia ideal tiene las siguientes características:

- 1) Es reversible y obedece a la ecuación de Nerst
- 2) Presenta un potencial constante todo el tiempo.
- 3) Retorna a su potencial original después de haber estado sometido a pequeñas corrientes.
- 4) Presenta poca histéresis con ciclos de temperatura.

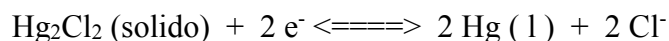
Pese a que no hay ningún electrodo de referencia que se ajuste por completo a estas características, son varios los que se acercan mucho.

A) Electrodos de calomelanos:

Están compuestos de mercurio en contacto con una solución saturada de cloruro de mercurio (I) que contiene también una concentración conocida de cloruro de potasio. La semicelda de este electrodo se puede representar como:



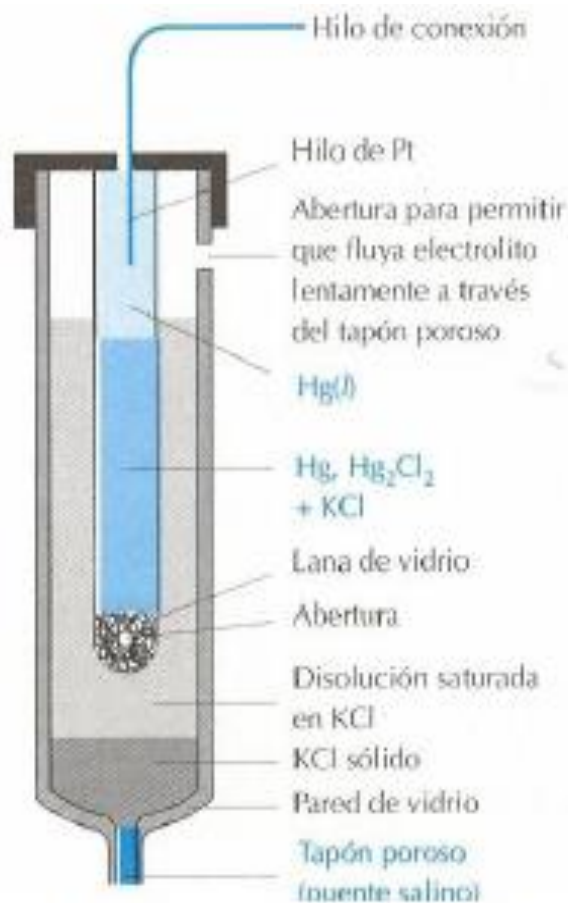
Siendo x la concentración molar de cloruro de potasio en la disolución. El potencial de electrodo para esta semicelda está determinado por la reacción:



Que también depende de la concentración x de cloruro, por lo cual, esta cantidad se debe especificar en la descripción del electrodo.

De los electrodos de este tipo, el más utilizado es el electrodo de calomelano saturado (ECS) debido a la gran facilidad con la que se puede preparar. Sin embargo presenta ciertos inconvenientes tales como que su coeficiente de temperatura es significativamente mayor en comparación con otros; y también que al cambiar la temperatura, el valor del nuevo potencial se alcanza lentamente debido al tiempo requerido para restablecer el equilibrio de

solubilidad del cloruro de potasio y de calomelanos. El potencial del electrodo de calomelano saturado a 25°C es de 0,2444 V.



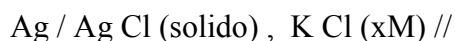
Esquema 2 Partes del electrodo de calomel

Tomado de: C. Harris, Daniel (2001).

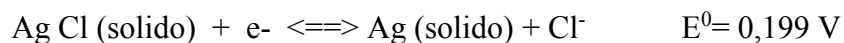
Análisis químico cuantitativo. En: Electrodo y potenciometría (p. 369).

B) Electrodo de plata / cloruro de plata:

El sistema es semejante al anterior y consiste en un electrodo de plata sumergido en una disolución saturada de cloruro de potasio y cloruro de plata:



Cuya semirreacción es:



Los modelos comerciales de este electrodo son semejantes en apariencia externa a los electrodos de calomelanos, aunque en estos de plata / cloruro de plata, el tubo interno se reemplaza por un alambre de plata recubierto con una capa de cloruro de plata que se encuentra sumergido en una disolución de cloruro de potasio saturada con cloruro de plata

Los electrodos de plata / cloruro de plata tienen la ventaja de que pueden utilizarse a temperaturas superiores a 60°C, mientras que los electrodos de calomelanos no. Por otra parte

los iones Hg (I) reaccionan con menos componentes de la muestra que los iones plata. Tales reacciones pueden conducir a la obturación de la unión entre el electrodo y la disolución del analito.

ELECTRODOS INDICADORES METALICOS

Electrodos redox: electrodos que responden al potencial redox de una disolución formada por una o más parejas redox. Los más utilizados son aquellos constituidos por oro, platino, paladio u otros metales inertes. Estos electrodos actúan como una fuente o como un sumidero de los electrones transferidos desde un sistema redox presente en la disolución.

Hay que resaltar que los procesos de transferencia de los electrones en los electrodos inertes no suelen ser reversibles y por lo tanto, los electrodos inertes no responden a muchas de las semirreacciones de las tablas de electrodos de una forma predecible.

OBJETIVOS DE LA POTENCIOMETRÍA

Los métodos potenciométricos son utilizados con frecuencia en la determinación del punto final de una valoración potenciométrica. Para ello:

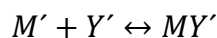
1. Se representa el potencial en función del volumen de reactivo.
2. Se calcula el cambio de potencial por cambio de unidad de volumen del reactivo.
3. El método de Gran: permite determinar el punto final de acuerdo a los datos experimentales correspondientes a una zona de la curva de valoración en la cual la reacción se encuentra forzada a completar por efecto del ión común.

Dentro de las valoraciones potenciométricas se tienen:

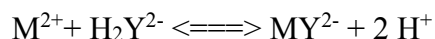
- a) Valoraciones ácido - base
- b) Valoraciones de precipitación
- c) Valoración de formación de complejos
- d) Valoraciones redox

VALORACIONES DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS

Se pueden realizar valoraciones potenciométricas de distintos metales mediante su reacción con diferentes agentes complejantes polidentados. El más conocido es el EDTA. EDTA que por sus propiedades Acido-Base, las valoraciones llevadas a cabo con este quelante se deben realizar a pH impuesto.



Por ejemplo si el pH impuesto es igual a 5.0 entonces la reacción representativa de valoración será:



Donde H_2Y^{2-} representa el anión de la sal disódica del EDTA. En este caso es necesaria la formación de un complejo muy estable. Para la detección del punto final se puede utilizar un par auxiliar, para generar un potencial que pueda permitir, dar seguimiento al ion de interés. (por ejemplo, para valorar complejométricamente Fe^{3+} , se añade Fe^{2+} y se ajusta el pH a 2.4, así el EDTA reacciona solo con el Fe^{3+} permitiendo su cuantificación)

CURVAS DE VALORACIÓN COMPLEJOMÉTRICAS

La forma de obtener las curvas de valoración complejométricas no difiere fundamentalmente de la forma empleada para las valoraciones por neutralización o por precipitación, pero ahora interesa conocer la variación de la concentración del ion metálico que se valora, expresado como (pMe) en tanto se añaden volúmenes crecientes del patrón de EDTA. Visto así, una curva de valoración complejométrica presenta los mismos cuatro momentos que tipifican a todas las curvas de valoración.

1. Punto inicial: Cuando aún no se ha añadido volumen alguno de solución valorante EDTA.
2. Puntos intermedios: Cuando la cantidad añadida de EDTA no es suficiente para completar la reacción de formación del complejo y hay exceso del ion metálico que se valora.
3. Punto de equivalencia: Cuando las cantidades de sustancias de ambos reaccionantes (EDTA e ion metálico) se igualan y se alcanza el equilibrio estequiométrico.
4. Después del punto de equivalencia: Una vez alcanzado el punto de equivalencia cualquier adición de solución patrón del reactivo acomplejante EDTA queda en exceso.

Factores que influyen en la forma de la curva de valoración complejométrica con EDTA

Sobre las curvas de valoración complejométrica con EDTA influyen cuatro factores fundamentales: la concentración de los reactivos, el pH del medio, la constante de estabilidad y la presencia de agentes complejantes auxiliares.

Concentración de los reactivos

La concentración de los reactivos influye en la magnitud del salto de pH de la curva de valoración en las proximidades del punto de equivalencia de forma similar a los casos explicados en las reacciones de neutralización y precipitación. A mayor concentración mayor es el salto de pH en los alrededores del punto de equivalencia.

Constante de estabilidad

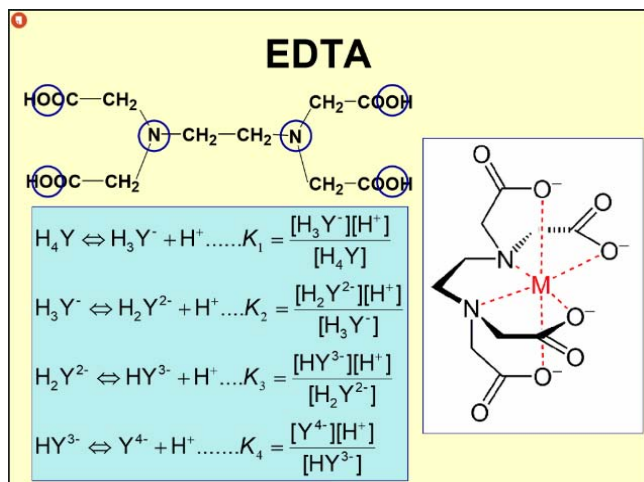
A medida que sea más estable el complejo que forma el ion metálico con el complejante, mayor será la constante de estabilidad y más cuantitativa será la reacción. Como resultado, mayor salto brusco se obtendrá en los alrededores del punto de equivalencia de la valoración.

EQUILIBRIO DE FORMACIÓN DE COMPLEJOS

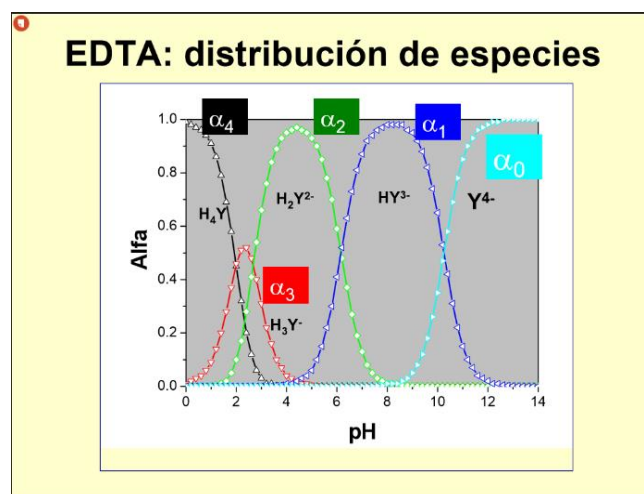
La mayoría de los iones metálicos de transición aceptan 6 pares de electrones (número de coordinación = 6), es decir 6 ligandos monodentados. Si un ligando se une al metal con más de un átomo, es un ligando multidentado o quelante.

Efecto quelato: los ligandos multidentados forman complejos metálicos más estables. El ácido etilendiaminetetracético EDTA es el más usado.

EDTA

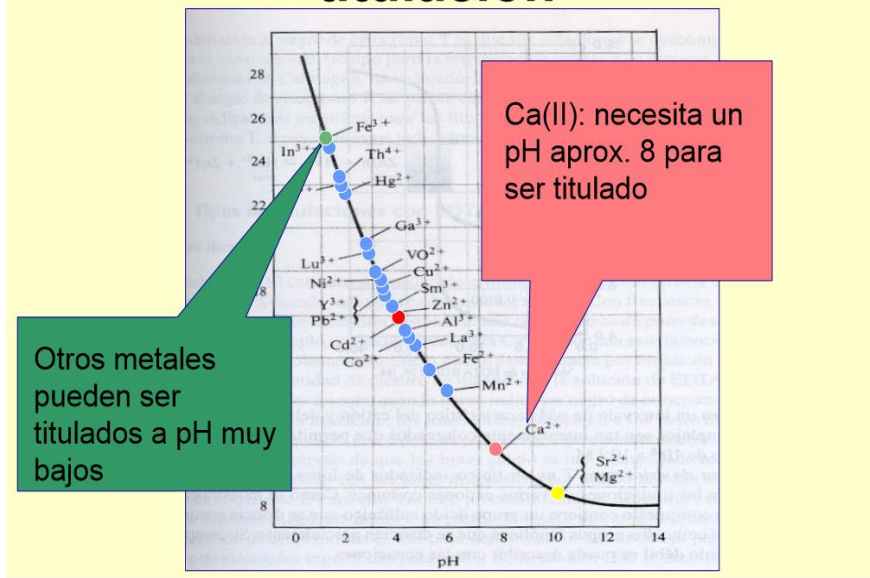


Esquema 3. Estructura química del EDTA.



Esquema 4. Distribución de especies del EDTA.

pH mínimo necesario para la titulación



Esquema 5. pH necesarios de metales para ser titulados.

POSAI

Para estudios potenciométricos se requiere usualmente potenciómetros de alta impedancia, electrodos de referencia y electrodos indicadores. En particular la medida de pH es una técnica imprescindible en cualquier laboratorio de análisis químico, pero el electrodo usual para medir el pH, el electrodo de vidrio, es vida media corta, poco versátil y limitado, por lo cual diversos trabajos de investigación han sido realizados para su posible sustitución. Los electrodos obtenidos por algunos autores en los que utilizan iridio y platino, dan buenos resultados para sustituir el electrodo de vidrio, pero son difíciles de obtener para nuestros laboratorios en México. Una posible alternativa para estos electrodos puede encontrarse en los diversos trabajos de investigación, que han demostrado que las películas de óxido (férrico y ferroso) sobre acero inoxidable tipo 316 (POSAI-316) obtenidas por tratamiento químico, pueden usarse como electrodos selectivos de iones hidronio en un intervalo de pH de 2 a 13, como electrodo de referencia y como electrodo Redox. Dichas POSAI-316 son de bajo costo, resistentes, versátiles, de vida media larga y muy económicos en su elaboración.

4.- METODOLOGÍA

4.1 MATERIAL Y EQUIPO (VER ANEXO NUMERO 1)

4.2 TRATAMIENTO PARA FORMAR LA CAPA DE ÓXIDO AL ACERO 316

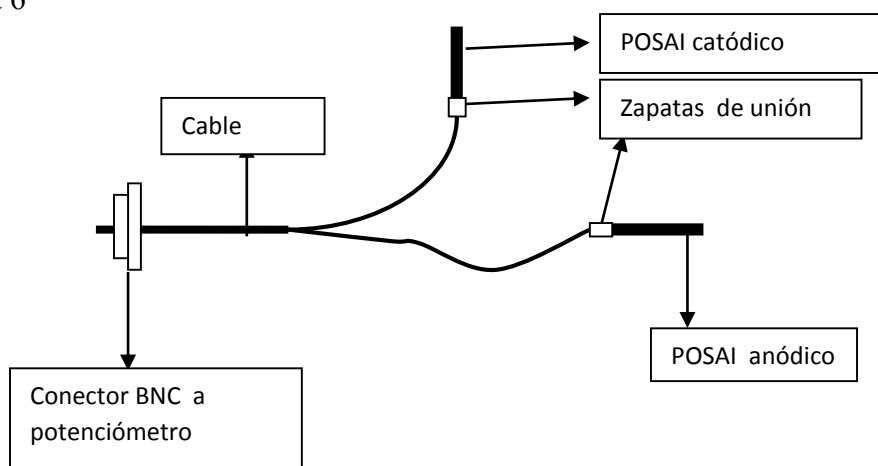
1. Se utilizan 2 trozos de alambre de acero 316 de 4 cm de longitud cada uno.
2. Los trozos de alambre se limpian con acetona.
3. Los alambres se sumergen en una mezcla de trióxido de cromo (CrO_3) y ácido sulfúrico (H_2SO_4) por 17 min. a 70°C para obtener la capa de óxido en los alambres tratados (Rosales, 1998)
4. Al concluir este tiempo los alambres, ya formada su capa de óxido, se enjuagan con agua destilada y estos se sumergen en un periodo de 24 horas, en una solución de hidróxido de sodio (NaOH) concentrada para hidratar lo que son nuestros electrodos.

4.3 DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LA LINEALIDAD DE LOS DOS ELECTRODOS DE ACERO 316 PREVIAMENTE TRATADOS

(Esta prueba se realiza con la finalidad de comprobar que la película del óxido quedo bien formada y estable, y se hace sin encapsular el electrodo, para detectar posibles fallas en las conexiones)

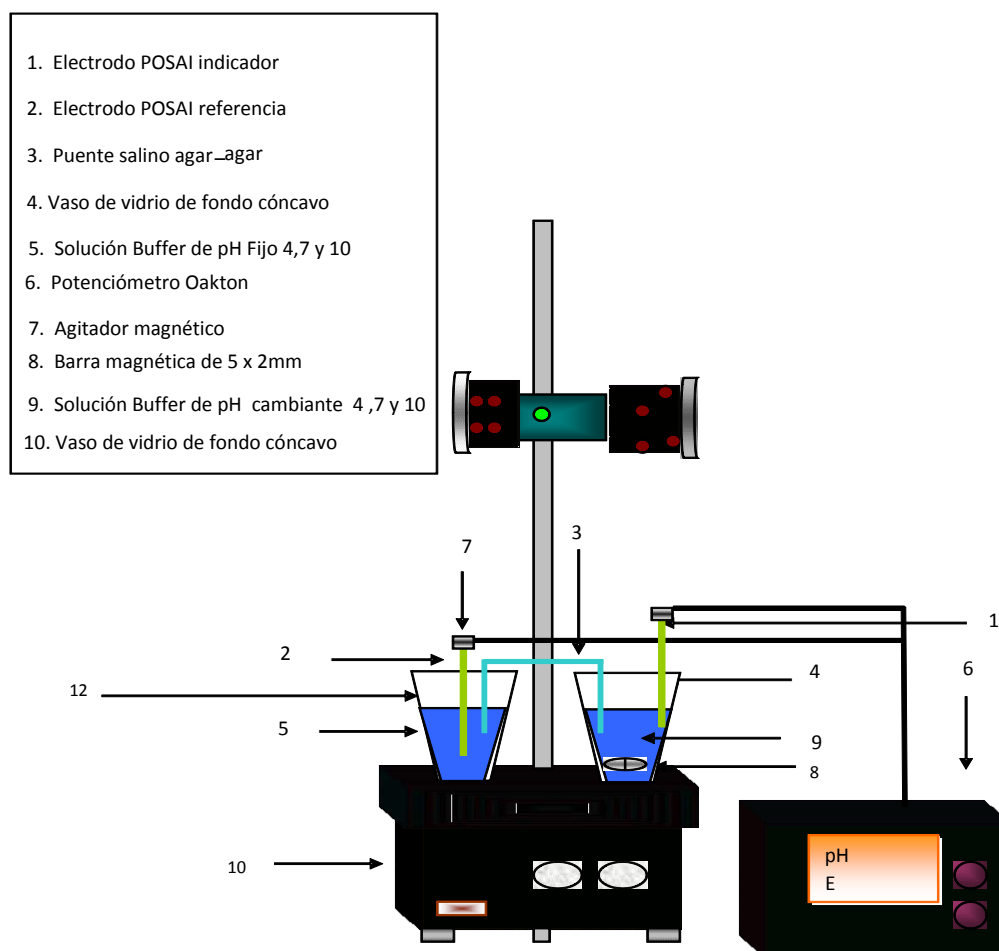
Con las conexiones mostradas en la figura 1 y conectando los POSAIs elaborados como se muestra en la figura 2 se procede a determinar la respuesta del potencial (E) del electrodo elaborado como una función de pH (linealidad) y el tiempo de recuperación del electrodo elaborado.

Esquema 6



Esquema 6. Conexión que se lleva a cabo para la unión de nuestro electrodo POSAI

Esquema 7



Esquema 7. Montaje experimental para realizar la prueba de linealidad al electrodo POSAI-POSAI

4.3.1 PROCEDIMIENTO

(Este procedimiento se realiza para elegir la solución amortiguadora, que se utilizará de relleno en el electrodo POSAI que servirá como electrodo de referencia)

1. Con un electrodo de vidrio se mide el valor del pH real de las soluciones Buffer (pH 4,7,10) y de su valor de potencial y con estos valores se determinan su linealidad, pendiente, correlación y ordenada al origen. Con el electrodo POSAI-POSAI elaborado se mide, por duplicado, el potencial de 3 soluciones buffer (pH 4,7,10) en el electrodo indicador pero dejando constante en el electrodo de referencia un pH (4,7,10)
2. Con los datos obtenidos de potencial con el electrodo indicador se elaboran la linealidad, pendiente, correlación y ordenada al origen y se comparan resultados. y se elige la solución amortiguadora que dé el mejor resultado (una correlación de 1 y una pendiente de 0.059)

4.3.2 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS DE LA PRUEBA DE LINEALIDAD

Resultado del Electrodo de vidrio comercial

pH Teóricos	pH Reales	Potencial V
4	3.9	0.1582
7	6.76	-0.0036
10	8.88	-0.1236

Tabla 1. Resultados experimentales electrodo de vidrio *V=Volts

Para poder determinar los valores de pH reales estos se midieron experimentalmente a partir de un electrodo comercial de vidrio y para determinar su linealidad de dicho electrodo se midió su potencial en los diferente pH 4,7,10.

Para obtener el grafico correspondiente de linealidad para poder obtener la pendiente, correlación y ordena al origen se utilizó el programa de computo Excel.

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0566	1	0.3789

Tabla 2 Resultados estadísticos electrodo de vidrio

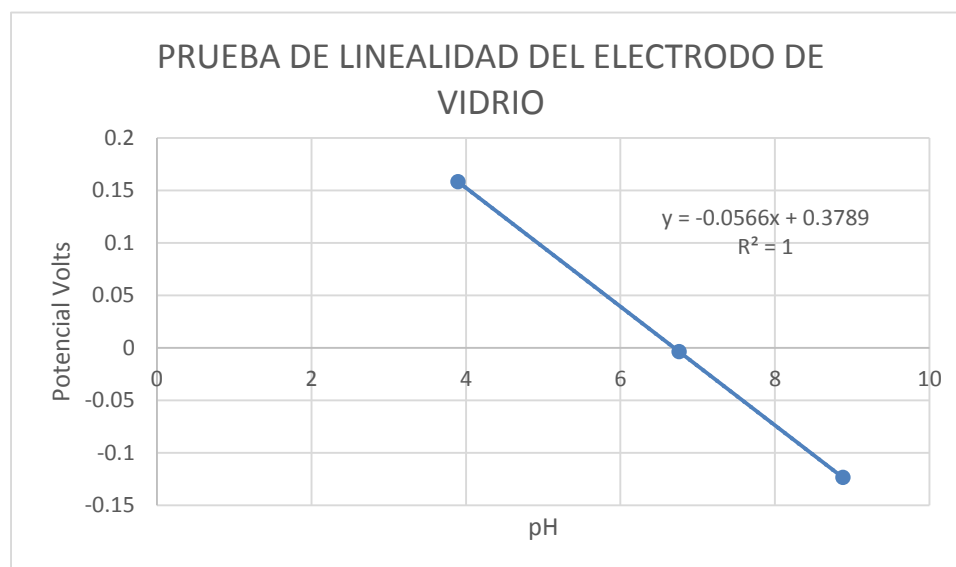


Grafico 1. Prueba de linealidad del electrodo de vidrio

Resultados experimentales del electrodo POSAI-POSAI a pH 4 como referencia

En esta parte de la experimentación se lleva a cabo el montaje experimental que se ilustra en el esquema 7 realizando 2 corridas experimentales para cada solución buffer de pH fijo 4,7,10 como referencia.

Corrida 1

pH 4	Potencial V
3.9	0.0575
6.76	-0.1231
8.88	-0.244

Tabla 3 Resultados experimentales a pH 4 *V=Volts

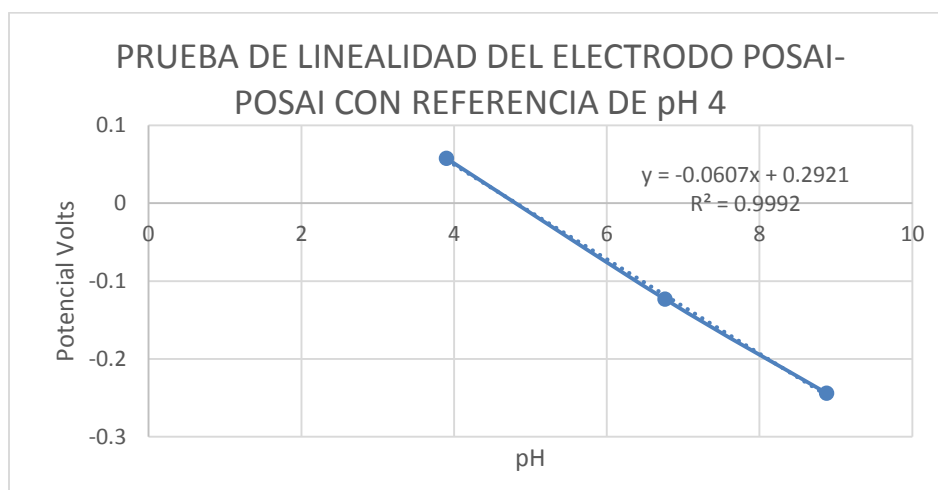


Gráfico 2. Prueba de linealidad a pH 4

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0607	0.9992	0.2921

Tabla 4 Resultados estadísticos a pH 4

Corrida 2

pH 4	Potencial V
3.9	0.0764
6.76	-0.0916
8.88	-0.1927

Tabla 5. Resultados experimentales a pH 4 *V=Volts

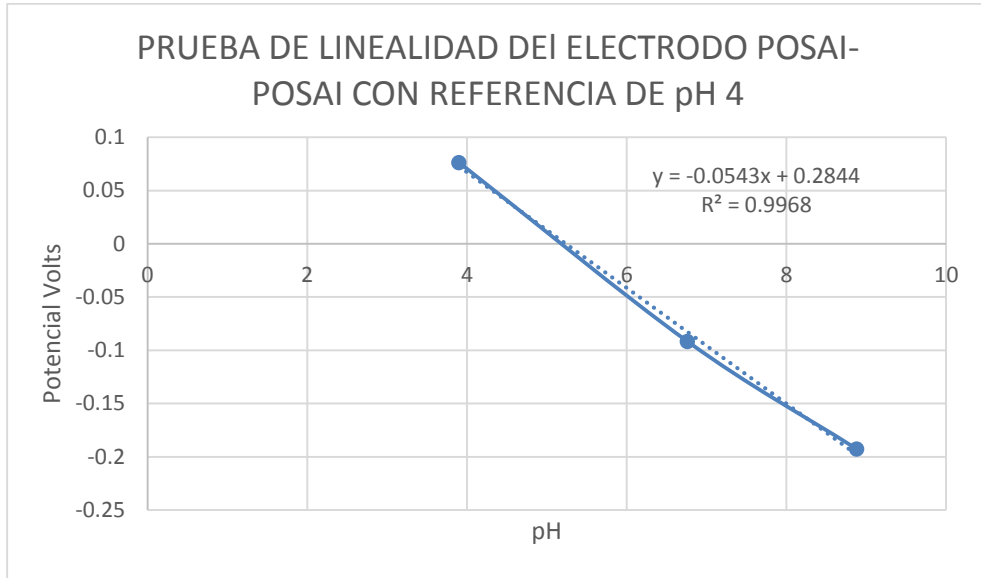


Grafico 3. Prueba de linealidad a pH 4

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0543	0.9968	0.2844

Tabla 6. Resultados estadísticos a pH 4

Resultados experimentales del electrodo POSAI-POSAI a pH 7 como referencia

Corrida 1

pH 7	Potencial V
3.9	0.207
6.76	0.0334
8.88	-0.0813

Tabla 7 Resultados experimentales a pH 7 *V=Volts

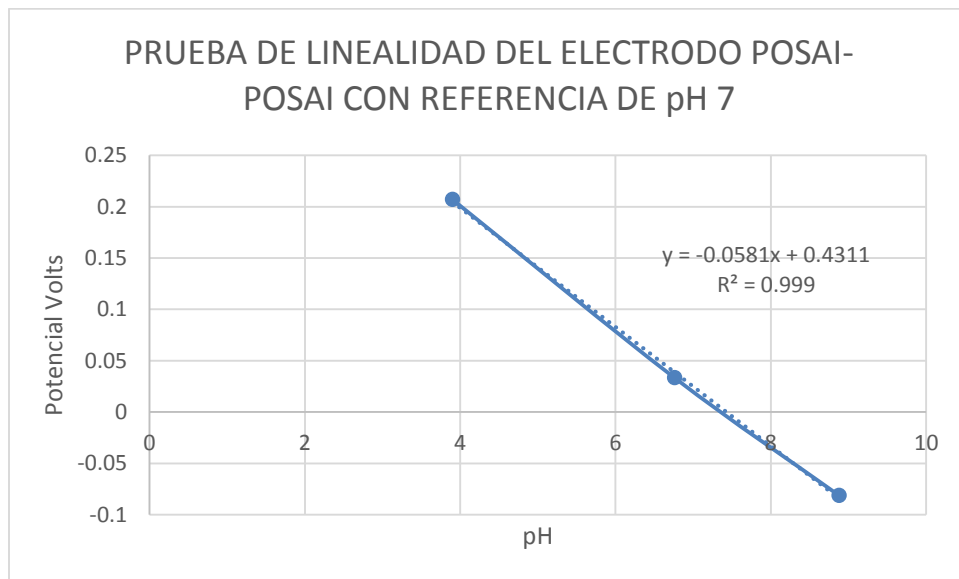


Grafico 4. Prueba de linealidad a pH 7

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0581	0.999	0.4311

Tabla 8. Resultados estadísticos a pH 7

Corrida 2

PH 7	Potencial V
3.9	0.148
6.76	-0.0158
8.88	-0.1332

Tabla 9. Resultados experimentales a pH 7

*V=Volts

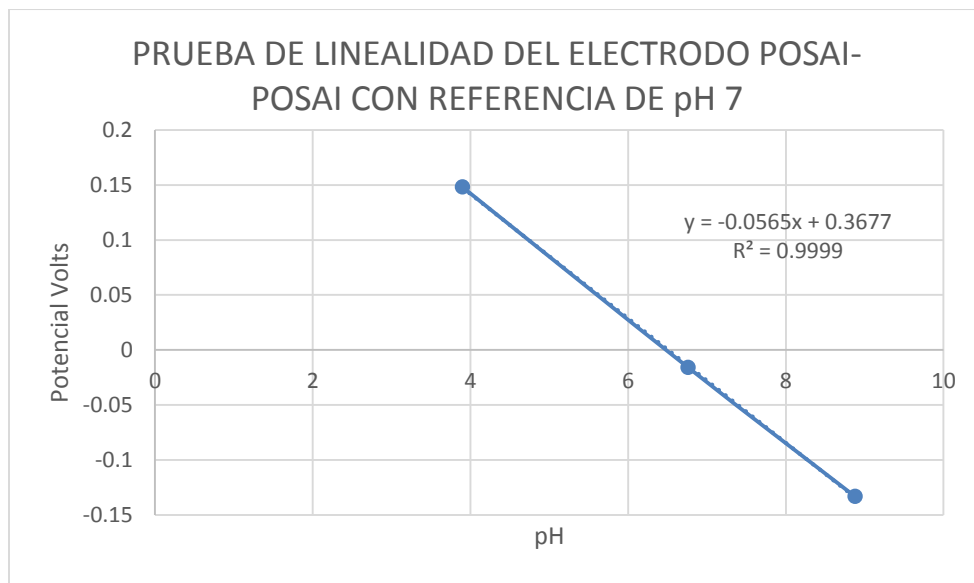


Grafico 5. Prueba de linealidad a pH 7

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0565	0.9999	0.3677

Tabla 10. Resultados estadísticos a pH 7

Resultados experimentales del electrodo POSAI-POSAI a pH 10 como referencia

Corrida 1

pH 10	Potencial V
3.9	0.455
6.76	0.301
8.88	0.1299

Tabla 11. Resultados experimentales a pH 10

*V=Volts

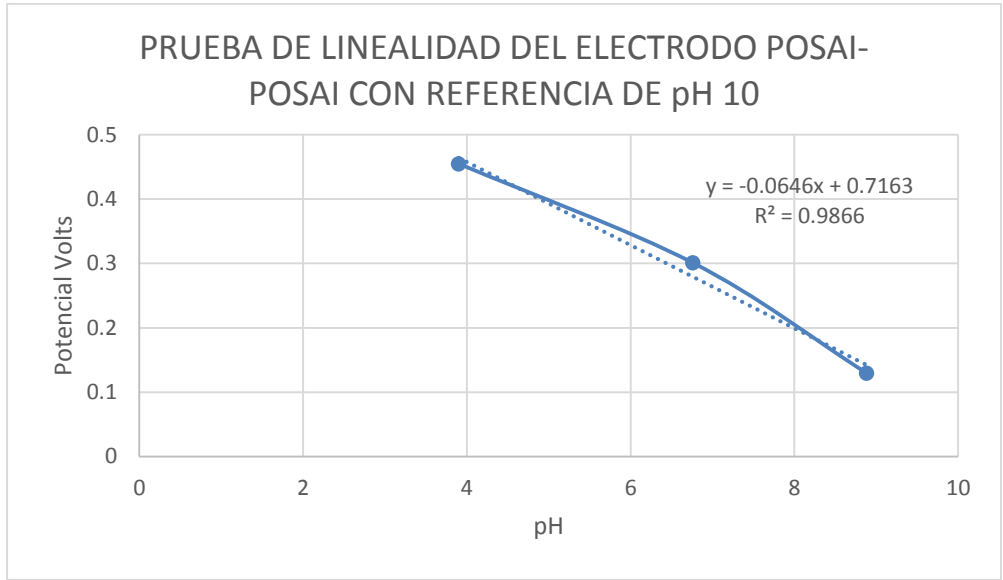


Grafico 6. Prueba de linealidad a pH 10

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0646	0.9866	0.7163

Tabla 12. Resultados estadísticos a pH 10

Corrida 2

pH 10	Potencial V
3.9	0.378
6.76	0.201
8.88	0.0845

Tabla 13. Resultados experimentales a pH 10

*V=Volts

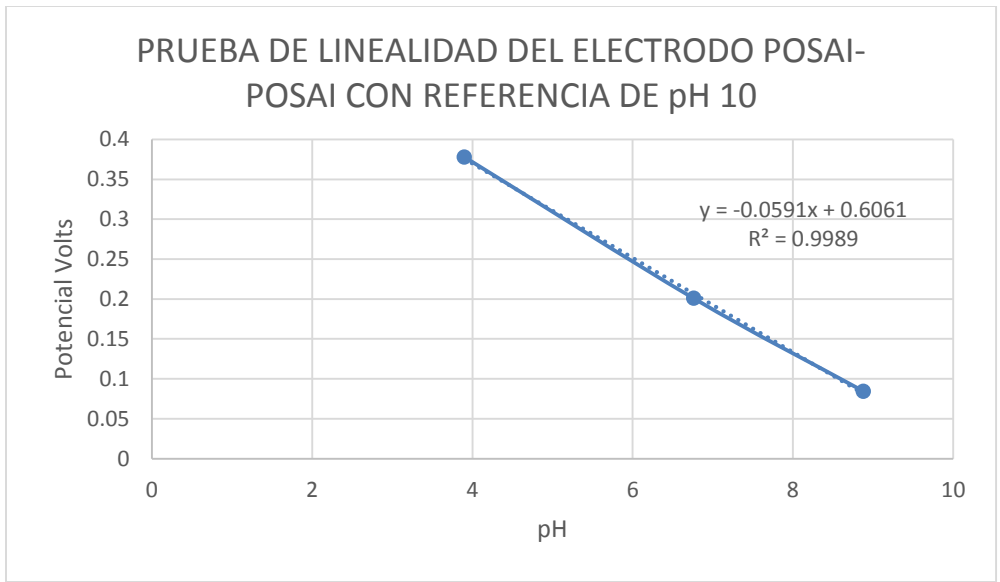


Grafico 7. Prueba de linealidad a pH 10

Pendiente (m)	Correlación (r ²)	Ordenada al Origen (b)
-0.0591	0.9989	0.6061

Tabla 14. Resultados estadísticos a pH 10

4.3.3 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS DE PRUEBAS DE LINEALIDAD

pH Teorico	pH Real	E. Comer	pH 4 Ref (1)	pH 4 Ref (2)	pH 7 Ref (1)	pH 7 Ref (2)	pH 10 Ref (1)	pH 10 Ref (2)
		Pot V	Pot V	Pot V	Pot V	Pot V	Pot V	Pot V
4	3.9	0.0039	0.0575	0.0764	0.207	0.148	0.455	0.378
7	6.76	0.00676	-0.1231	-0.0916	0.0334	-0.0158	0.301	0.201
10	8.88	0.00888	-0.244	-0.1927	-0.0813	-0.1332	0.1299	0.0845

Tabla 15. Resultados experimentales acumulados de la experimentación de prueba de linealidad

*E. Comer=Electrodo Comercial, Ref=Referencia, Pot= Potencial, V=Volts

	Pend (m)	Correl r ²	Ord (b)
E. Comer	-0.0566	1	0.3789
pH 4 Ref (1)	-0.0607	0.9992	0.2921
pH 4 Ref (2)	-0.0543	0.9968	0.2844
pH 7 Ref (1)	-0.0581	0.999	0.4311
pH 7 Ref (2)	-0.0565	0.9999	0.3677
pH 10 Ref (1)	-0.0646	0.9866	0.7163
pH 10 Ref (2)	-0.0591	0.9989	0.6061

Tabla 16. Resultados estadísticos acumulados de la experimentación de prueba de linealidad

*Pend=Pendiente, Correl=Correlación, Ord=Ordenada al Origen, Ref= Referencia

4.3.4 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA LINEALIDAD DEL ELECTRODO POSAI-POSAI

Los alambres de acero 316, tratados químicamente, durante 17 minutos a 70 °C con una mezcla de trióxido de cromo y ácido sulfúrico, forman sobre su superficie una película de óxidos metálicos que responden de manera lineal al pH (denominados electrodos POSAI), esto es justificable, tomando como par electroquímico al sistema Fe⁰ / FeO, cuyo equilibrio electroquímico es :

$2 H^+ + FeO + 2 e^- \rightleftharpoons Fe^0 + H_2O$, aplicando a este equilibrio el modelo de la ley de Nernst queda: $E = E^0 + \frac{0.06}{2} \log [H^+]$ y finalmente $E = E^0 - 0.06 pH$, en esta

última ecuación se puede observar que existe la mencionada linealidad del potencial respecto al pH, implicando que si con el POSAI se mide el potencial generado por una solución que contenga un ácido o una base, indirectamente, pero con una relación lineal se está midiendo el pH.

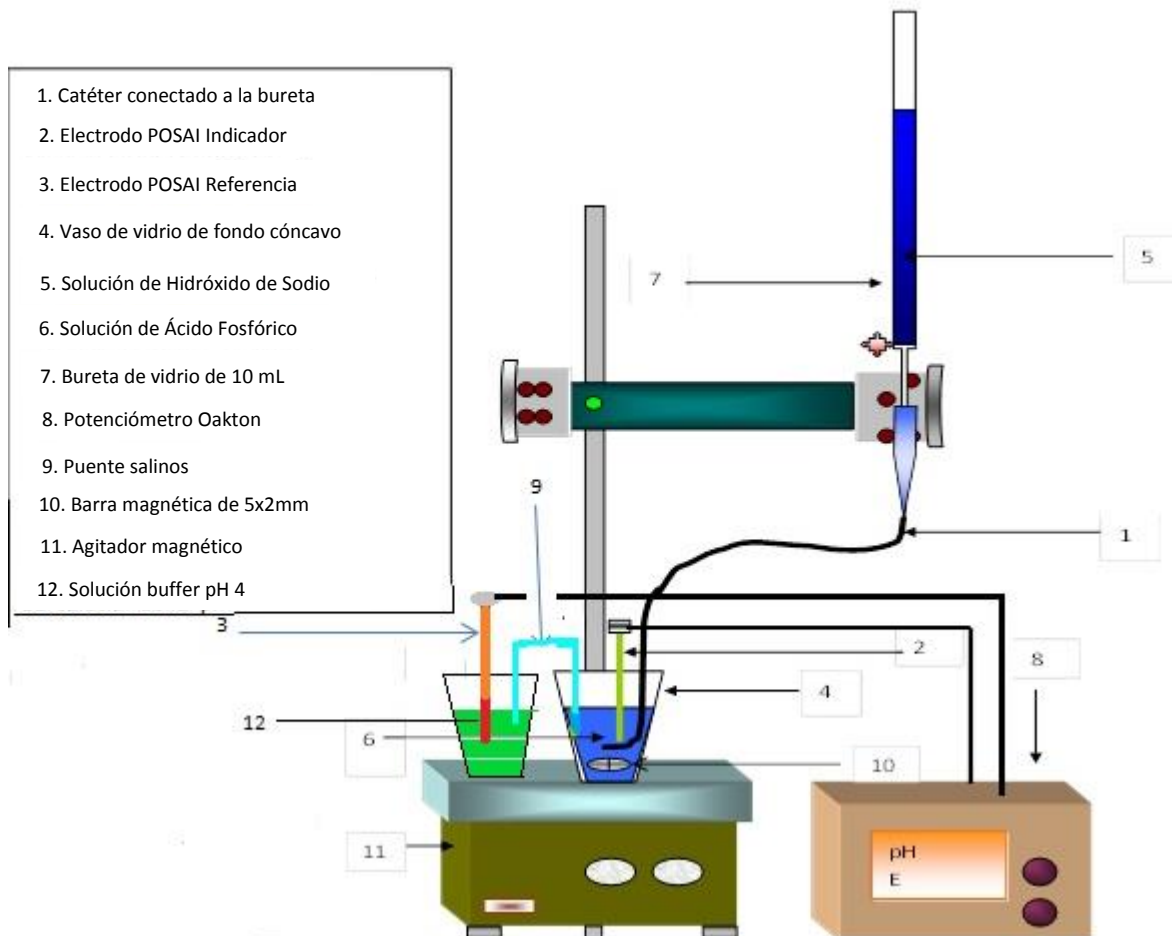
A partir de esta primera experimentación el objetivo principal es determinar que nuestro electrodo POSAI-POSAI tenga una respuesta favorable, por lo tanto se realizan las pruebas de linealidad para verificar que pH nos es más eficiente en nuestro electrodo de referencia. Y a partir de las pendientes y correlaciones obtenidas de los resultados experimentales se llega a la conclusión que la mejor linealidad se encuentra en un pH 4 y 7 por lo tanto se decide trabajar como pH de referencia a un pH 4 ya que sus valores de pendiente y correlación se aproximan a los valores establecidos pendiente de 0.059 y correlación de 1.

4.4 VALORACIONES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (H_3PO_4) CON HIDRÓXIDO DE SODIO (NaOH) SIN UNIR LOS ELECTRODOS

La siguiente experimentación se realiza sin unir el electrodo POSAI-POSAI para verificar que sigamos obteniendo buenos resultados experimentales para poder determinar si nuestro electrodo ya se puede unir.

1. Después de realizar la pasada experimentación se analizan los datos obtenidos y se llega a la conclusión que la solución de llenado más conveniente para el electrodo de referencia es la de la solución buffer de pH 4, debido a que con esta solución se tiene mejor linealidad.
2. Se preparan las soluciones de ácido fosfórico (H_3PO_4) y de hidróxido de sodio (NaOH) a una concentración de 0.01 M ambas para realizar las valoraciones correspondientes.
3. Se prepara el montaje experimental, se llena la bureta de 10 mL con NaOH y se toma una alícuota de H_3PO_4 de 4 mL la que se deposita en un vaso tequilerero. Como se muestra en el esquema 8.

Esquema 8



Esquema 8. Montaje experimental para las valoraciones de H_3PO_4 y $NaOH$ sin unir nuestro electrodo

- Se realizan 4 valoraciones y con los valores experimentales obtenidos se grafican y se obtiene la primera derivada para poder determinar sus 2 volúmenes de punto de equivalencia.

4.4.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS DE LA VALORACIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO Y HIDRÓXIDO DE SODIO (SIN UNIÓN)

En esta parte de la experimentación se llevan a cabo 4 valoraciones ácido-base para determinar curvas de valoración y obtener los volúmenes de punto de equivalencia, las curvas de valoración las trazamos con ayuda del programa de cómputo Excel y con la primera derivada obtenemos lo que son los volúmenes de punto de equivalencia. El propósito primordial de no unir nuestro electrodo es verificar que se tenga buena eficiencia del mismo para que al momento de unir no tengamos ningún problema y que tengamos que empezar desde el principio.

Resultados Experimentales

Valoración 1		Valoración 2		Valoración 3		Valoración 4	
Volumen	Potencial	Volumen	Potencial	Volumen	Potencial	Volumen	Potencial
0	33.7	0	15.1	0	360	0	305
0.25	33.2	0.25	13.6	0.25	359	0.25	303
0.5	32.3	0.5	11.4	0.5	354	0.5	303
0.75	30.6	0.75	8.8	0.75	349	0.75	303
1	28.2	1	3.2	1	346	1	302
1.25	24.4	1.25	-5.3	1.25	345	1.25	302
1.5	21.2	1.5	-7.5	1.5	342	1.5	301
1.75	14.7	1.75	-9.9	1.75	335	1.75	297
2	-5.1	2	-13.2	2	320	2	290
2.25	-20.3	2.25	-15.4	2.25	277	2.25	280
2.5	-51.7	2.5	-30.6	2.5	244	2.5	251
2.75	-141.6	2.75	-98.2	2.75	219	2.75	146.9
3	-163.5	3	-144.4	3	193.3	3	123.5
3.25	-177.5	3.25	-157	3.25	166.5	3.25	118
3.5	-190.6	3.5	-166.9	3.5	147.4	3.5	112.1
3.75	-196.6	3.75	-178.3	3.75	134.5	3.75	103
4	-205	4	-184.2	4	131.3	4	96.9
4.25	-206	4.25	-188.2	4.25	124.5	4.25	95.6
4.5	-217	4.5	-194	4.5	119.3	4.5	86.4
4.75	-224	4.75	-194.4	4.75	114.8	4.75	81.5
5	-237	5	-203	5	107.1	5	71.3
5.25	-252	5.25	-210	5.25	99	5.25	60.5
5.5	-275	5.5	-217	5.5	96	5.5	36.7
5.75	-338	5.75	-231	5.75	83.7	5.75	-49.9
6	-362	6	-251	6	69.1	6	-76.2
6.25	-386	6.25	-290	6.25	22.2	6.25	-89.9
6.5	-398	6.5	-334	6.5	-38.6	6.5	-100.6
6.75	-406	6.75	-349	6.75	-43.8	6.75	-107.8
7	-409	7	-362	7	-59.6	7	-112.3
7.25	-417	7.25	-377	7.25	-73.8	7.25	-115.1
7.5	-419	7.5	-387	7.5	-81.9	7.5	-115.3
7.75	-421	7.75	-395	7.75	-88.1	7.75	-117
8	-421	8	-400	8	-92.7	8	-118.7
		8.25	-402	8.25	-99.7	8.25	-120.8
		8.5	-406	8.5	-105.4	8.5	-121.7
		8.75	-409	8.75	-105.7	8.75	-123.6
		9	-411	9	-105.7	9	-123.6

Tabla 17. Resultados experimentales de la valoración de ácido fosfórico con hidróxido de sodio.
 Volumen[=] mL ; Potencial [mV] ml=Mililitros, mV=Milivolts

Valoración 1

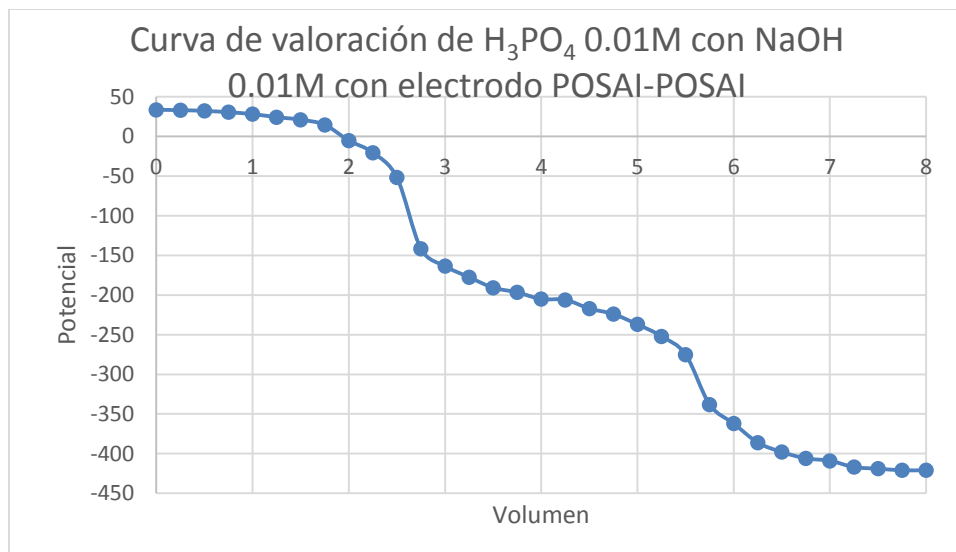


Grafico 8 Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

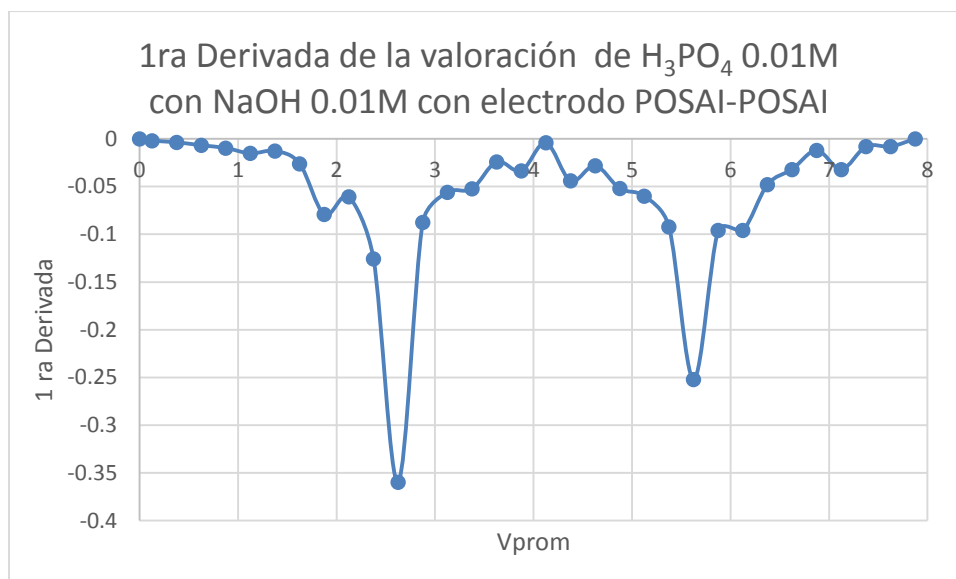


Grafico 9. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

Valoración 2

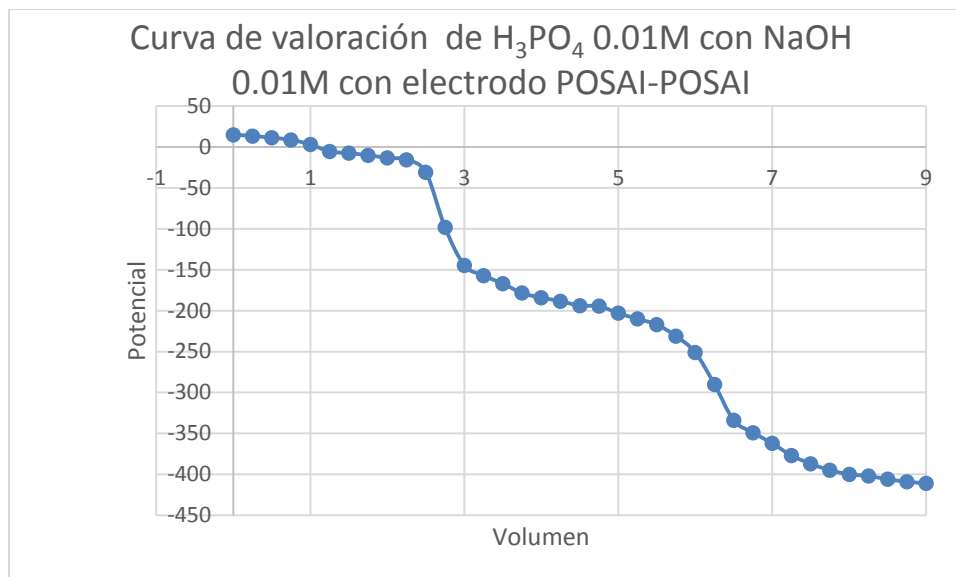


Grafico 10. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

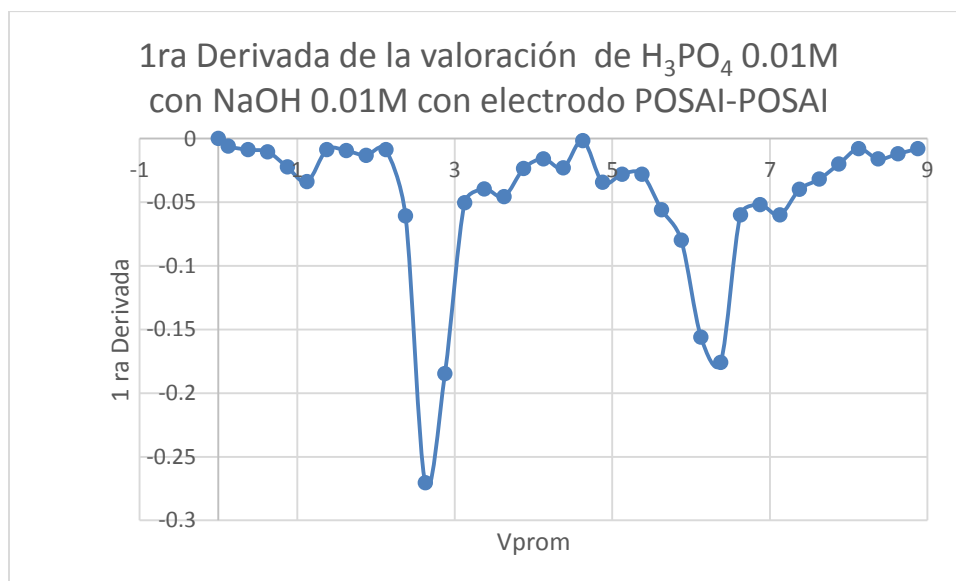


Grafico 11. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

Valoración 3

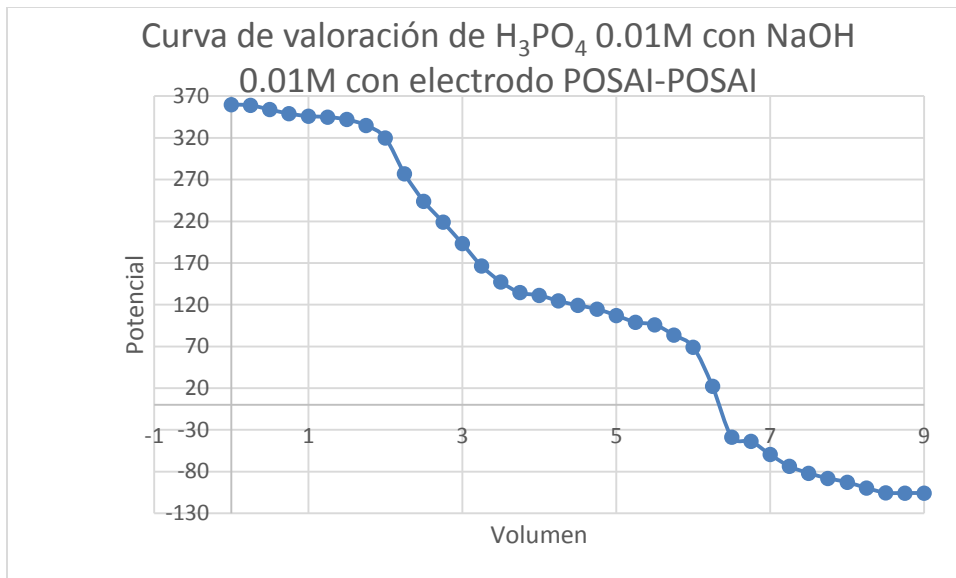


Grafico 12. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

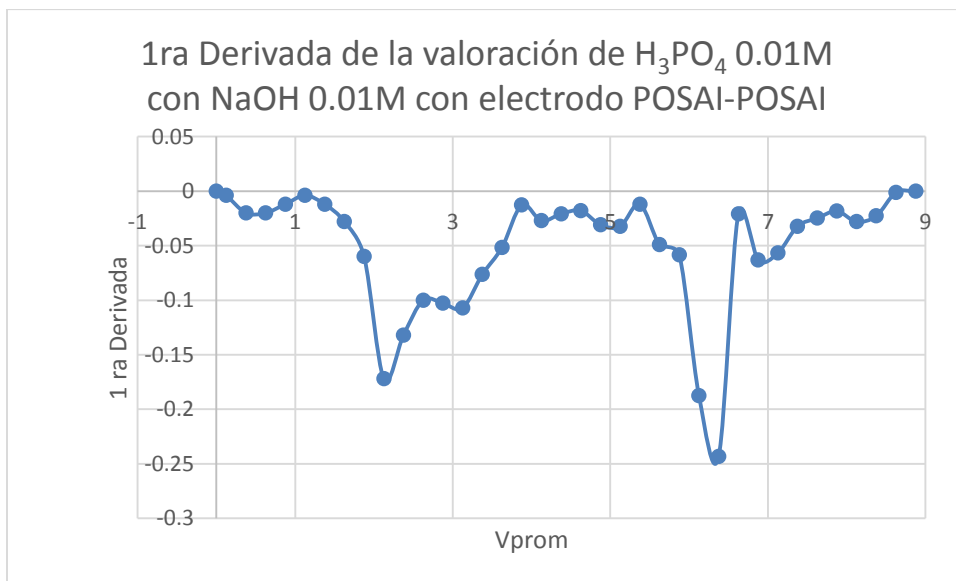


Grafico 13. Primera deriva de valoración H_3PO_4 y NaOH

Valoración 4

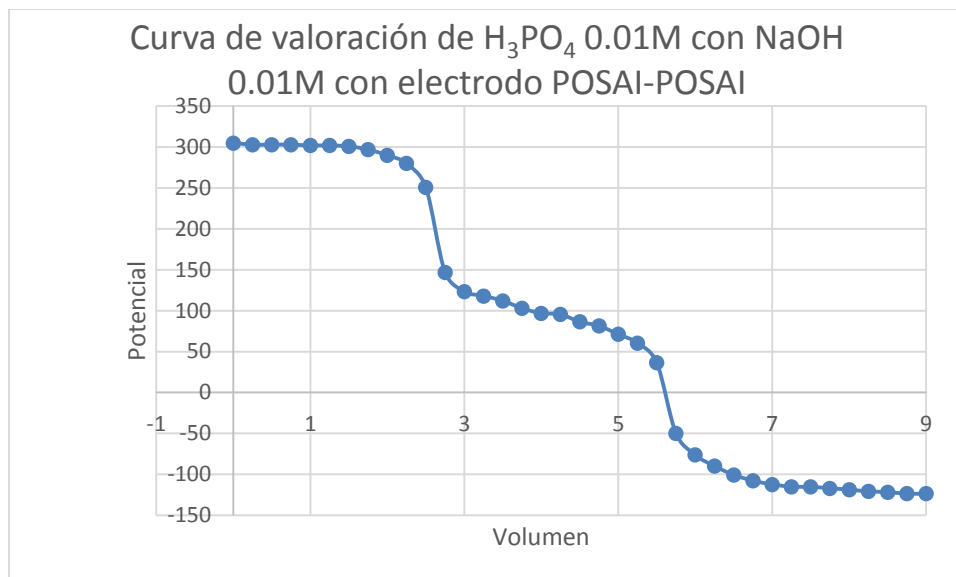


Grafico 14. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

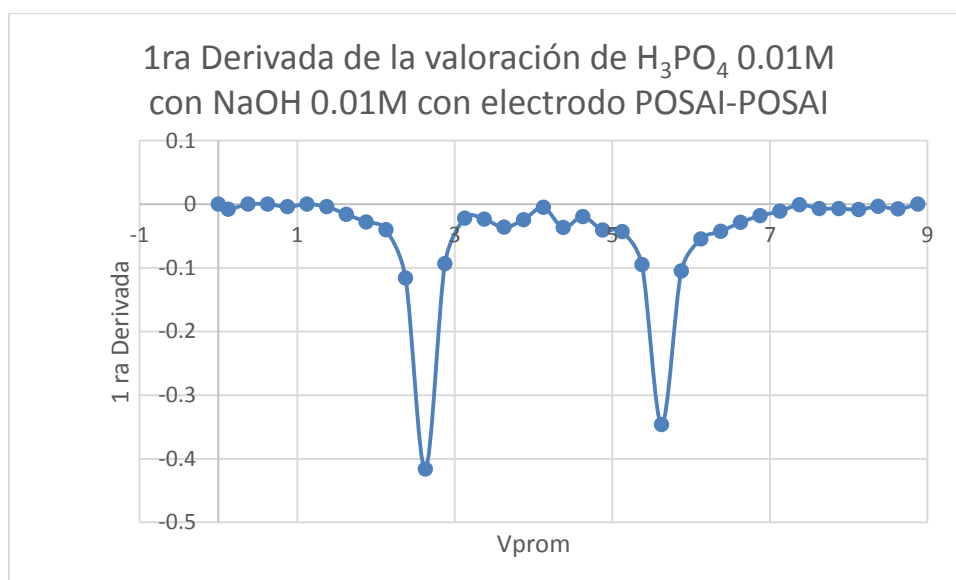


Grafico 15. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

4.4.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS DE LA VALORACIÓN DE H_3PO_4 y $NaOH$ (SIN UNIR)

Volúmenes de Punto de Equivalencia. (mL)

Valoración	Punto de Equivalencia 1	Punto de Equivalencia 2
1	2.625	5.625
2	2.625	6.375
3	2.125	6.375
4	2.625	5.625

Tabla 18. Resultados acumulados de los volúmenes de punto de equivalencia de la valoración ácido-base

Val.Posai	N. Teo.	Vol. Obt. mL	N NaOH	N. Exp	Vol. Val. (mL)	Mm Exp	Mm Teo.	PM	mg Esp.	mg Obt.	% Error
1	0.00625	2.625	0.01	0.006563	4	0.01722656	0.01640625	98	1.6078125	1.688203125	-5
2	0.00625	2.625	0.01	0.006563	4	0.01722656	0.01640625	98	1.6078125	1.688203125	-5
3	0.00625	2.125	0.01	0.005313	4	0.01128906	0.01328125	98	1.3015625	1.106328125	15
4	0.0625	2.625	0.1	0.065625	4	0.17226563	0.1640625	98	16.078125	16.88203125	-5
Total		2.5									

Tabla 19. Resultados de porcentaje de error de la valoración ácido-base

* Val. Posai= Valoración Posai, N Teo= Normalidad Teórico, Vol Obt= Volumen Obtenido, N Exp= Normalidad Experimental, Vol. Val=Volumen Valorado, Mm exp= Milimoles Experimentales Mm Teo= Milimoles Teórico, PM= Peso Molecular, mg Esp= Miligramos Especifico, mg Obt= Miligramos Obtenidos.

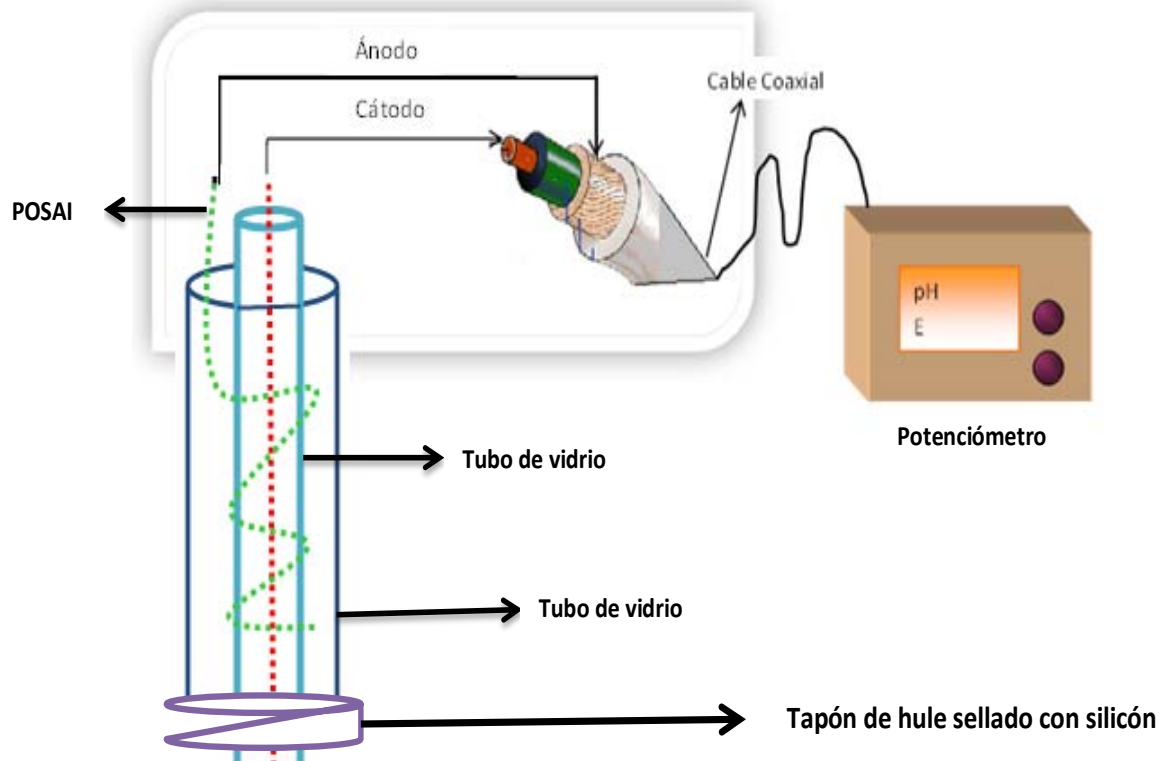
4.4.3 ANALISIS DE RESULTADOS DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO FOSFÓRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO (SIN UNIR)

El objetivo primordial para la experimentación con el electrodo POSAI-POSAI sin unir fue determinar que nuestro electrodo siguiera dando buenos resultados experimentales, que tuviera rápida lectura y estabilidad y al observar las curvas de valoración y los puntos de volúmenes de equivalencia muy semejante a partir de los resultados experimentales y con el porcentaje de error calculado, se procede a unir nuestro electrodo POSAI-POSAI ya que se comprobamos que tiene buena eficiencia.

4.5 UNIÓN DE LOS ELECTRODOS Y ESTRUCTURACIÓN DEL ELECTRODO COMBINADO POSAI-POSAI

1. Se analizan los resultados obtenidos y se observa el comportamiento del electrodo POSAI-POSAI por separado se llega a la conclusión de que el comportamiento y los resultados son buenos y confiables.
2. Se soldan el electrodo de referencia e indicador con el cable coaxial y se diseña un modelo en vidrio y estos se sellan con silicón en la parte inferior y la parte superior con una resina.

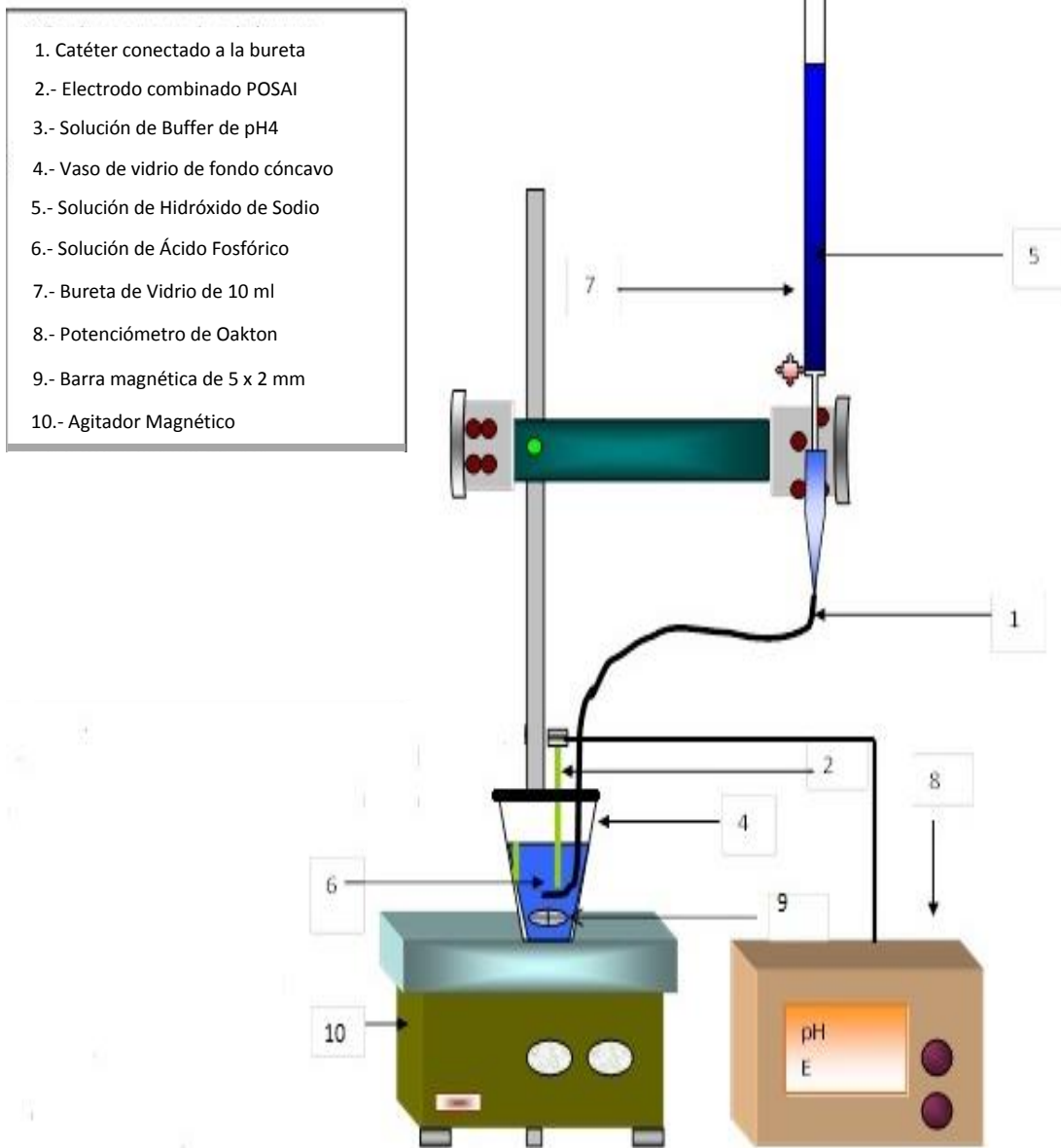
Esquema 9



Esquema 9. Montaje de la unión del electrodo POSAI-POSAI

Se realizan 3 valoraciones más con hidróxido de sodio (NaOH) y ácido fosfórico (H_3PO_4) para cerciorarse que el electrodo POSAI-POSAI sigue teniendo buena lectura.

Esquema 10



Esquema 10. Montaje experimental para las valoraciones de ácido fosfórico e hidróxido de sodio con nuestro electrodo unido.

4.5.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS

Después de la unión del electrodo POSAI-POSAI se realizan 3 valoraciones acido-base para determinar que sigan dando un correcto funcionamiento y que no haya tenido ningún problema en su encapsulado. Y poder realizar las curvas de valoración y determinar con la primera derivada los volúmenes de puntos de equivalencia

Resultados Experimentales

Valoración 1		Valoración 2		Valoración 3	
Volumen	Potencial	Volumen	Potencial	Volumen	Potencial
0	363	0	356	0	325
0.25	361	0.25	355	0.25	318
0.5	358	0.5	352	0.5	311
0.75	353	0.75	347	0.75	303
1	335	1	341	1	292
1.25	318	1.25	325	1.25	273
1.5	225	1.5	212	1.5	133
1.75	151.1	1.75	167	1.75	97.6
2	136.6	2	145.2	2	80.2
2.25	120.7	2.25	130.4	2.25	69.1
2.5	109.9	2.5	121.9	2.5	57
2.75	99	2.75	118.9	2.75	45.6
3	85.8	3	107.3	3	30.4
3.25	64.4	3.25	93.2	3.25	6.6
3.5	20	3.5	78.8	3.5	-30.5
3.75	-0.9	3.75	56.2	3.75	-62.8
4	-13.9	4	7.6	4	-80.2
4.25	-21.9	4.25	-39.3	4.25	-89.8
4.5	-28.8	4.5	-44.2	4.5	-98.2
4.75	-33.7	4.75	-47.2	4.75	-105.9
5	-37.1	5	-53.6	5	-108.9
5.25	-40.3	5.25	-56	5.25	-112
5.5	-43.3	5.5	-58	5.5	-112.3
5.75	-46	5.75	-59.8	5.75	-112.9
6	-47.1	6	-61.6	6	-113.1

Tabla 20 Resultados experimentales de la valoración de ácido fosfórico con hidróxido de sodio
Volumen[=]mL; Potencial[mV] ml=Mililitros mV=MiliVolts

Valoración 1

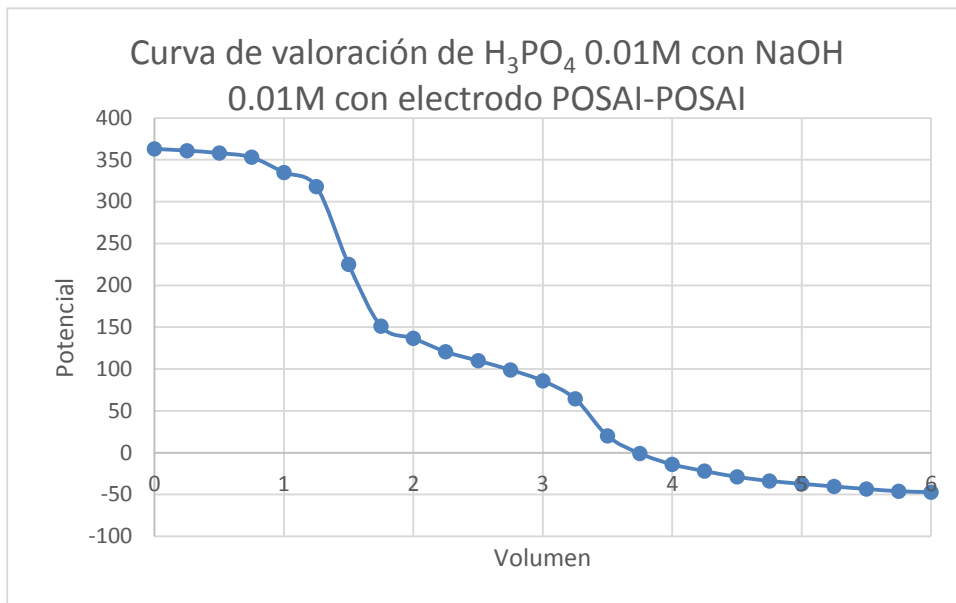


Gráfico 16. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

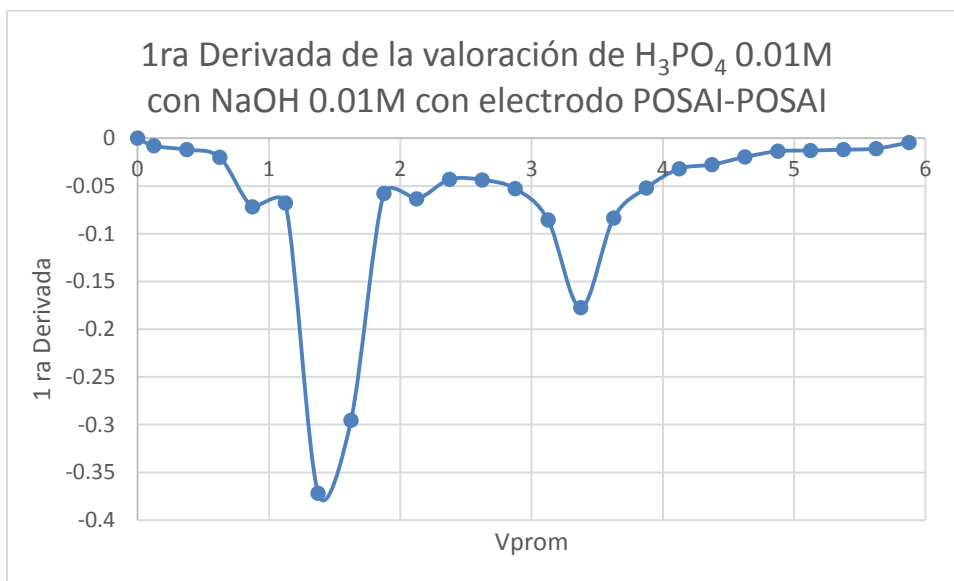


Gráfico 17. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

Valoración 2

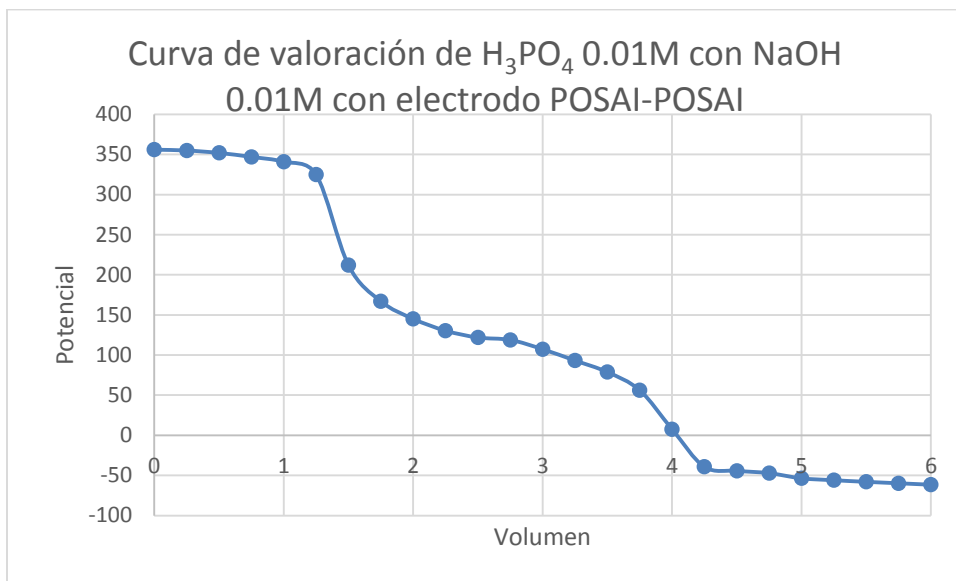


Grafico 18. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH

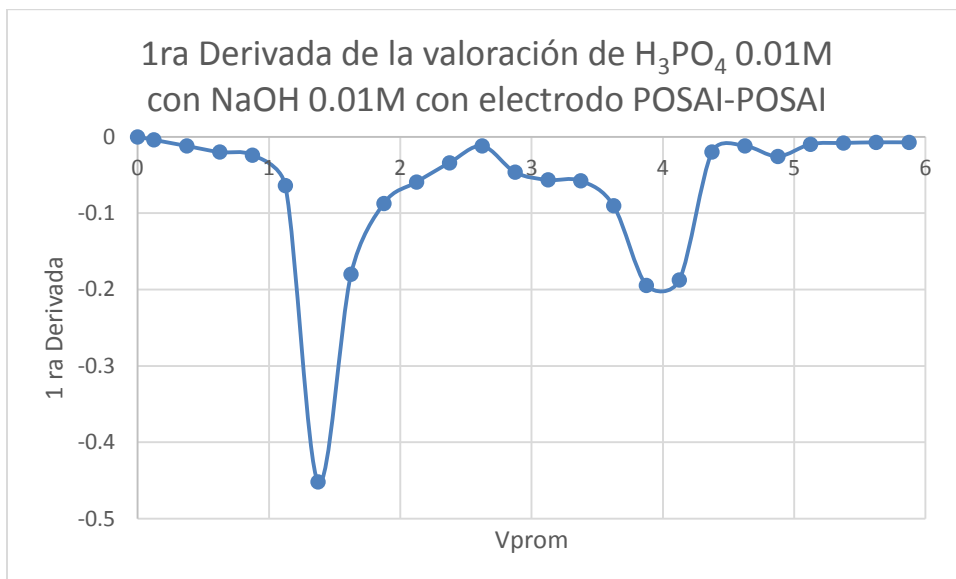


Grafico 19. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

Valoración 3

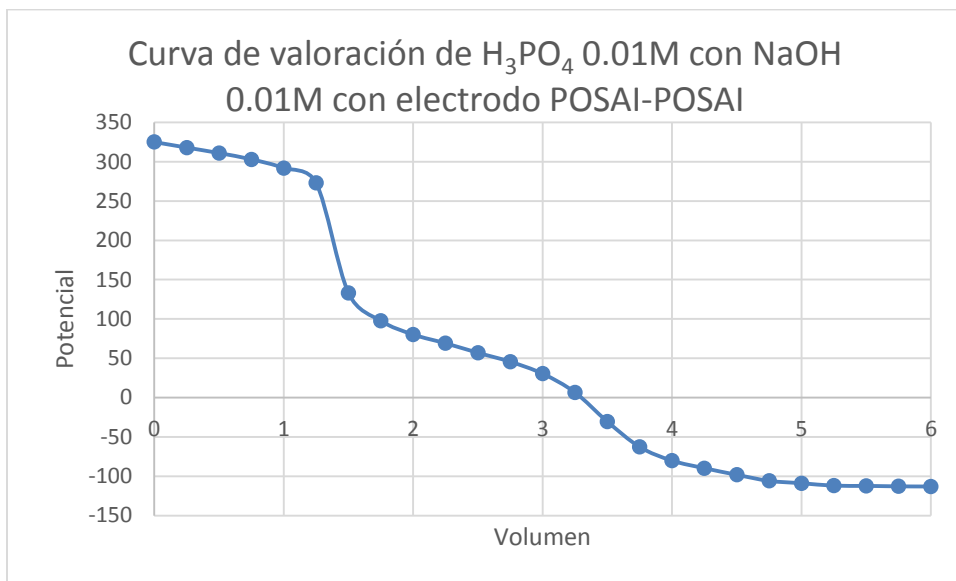
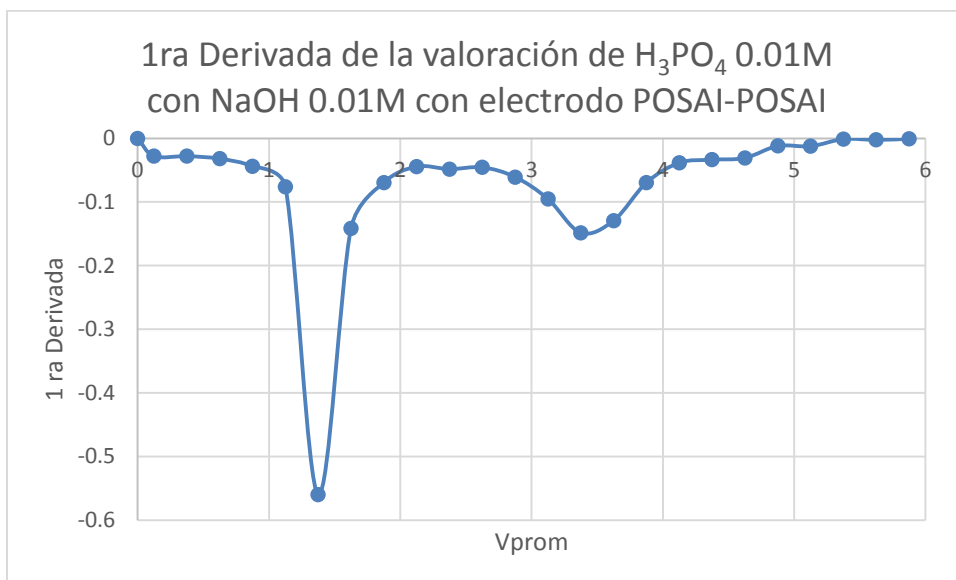


Grafico 20. Curva de valoración H_3PO_4 y NaOH



Grafica 21. Primera derivada de valoración H_3PO_4 y NaOH

4.5.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS DE LA VALORACIÓN DE ÁCIDO FOSFÓRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO (UNIDO)

Volúmenes de Punto de Equivalencia. (mL)

Valoración	Punto de Equivalencia 1	Punto de Equivalencia 2
1	1.375	3.375
2	1.375	3.875
3	1.375	3.375

Tabla 21 Resultados acumulados de los volúmenes de punto de equivalencia de la valoración ácido base

Val.Posai	N. Teo.	Vol. Obt. mL	N NaOH	N. Exp	Vol. Val. (mL)	Mm Exp	Mm Teo.	PM	mg Esp.	mg Obt.	% Error
1	0.0034375	1.375	0.01	0.0034375	4	0.004726563	0.004726563	98	0.463203125	0.463203125	0
2	0.0034375	1.375	0.01	0.0034375	4	0.004726563	0.004726563	98	0.463203125	0.463203125	0
3	0.0034375	1.375	0.01	0.0034375	4	0.004726563	0.004726563	98	0.463203125	0.463203125	0
Total		1.375									

Tabla 22. Resultados de porcentaje de error de la valoración ácido-base

* Val. Posai= Valoración Posai, N Teo= Normalidad Teórico, Vol Obt= Volumen Obtenido, N Exp= Normalidad Experimental, Vol. Val=Volumen Valorado, Mm exp= Milimoles Experimentales Mm Teo= Milimoles Teórico, PM= Peso Molecular, mg Esp= Miligramos Especifico, mg Obt= Miligramos Obtenidos.

4.5.3 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA VALORACION DE ÁCIDO FOSFÓRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO (UNIDOS)

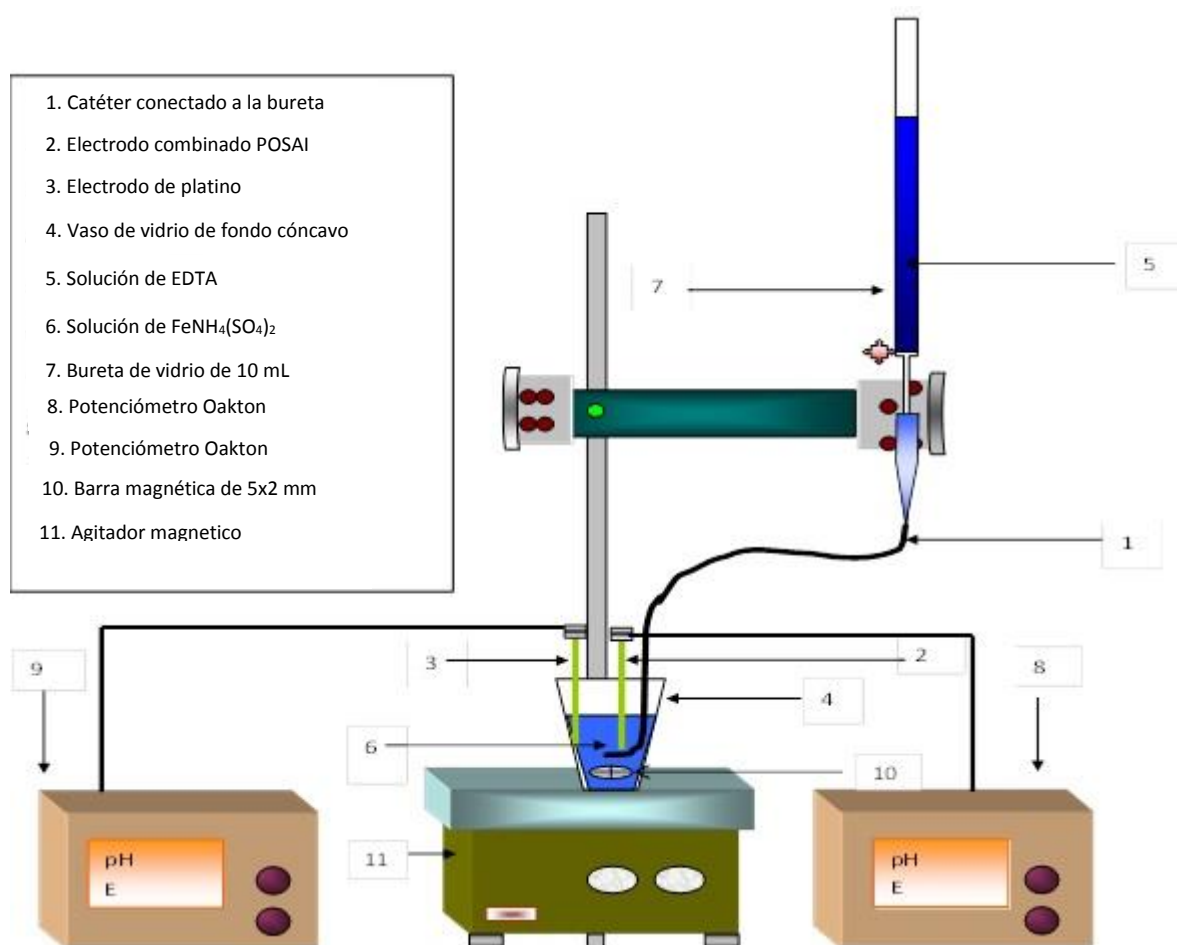
A partir de los resultados experimentales obtenidos se llega a la conclusión que nuestro electrodo está dando buenas lecturas ya que las curvas de valoración trazadas se observan que tienen un buen comportamiento y que los volúmenes de punto de equivalencia son muy semejante y el porcentaje de error es cero por lo tanto al unir nuestro electrodo POSAI-POSAI no se tuvo ningún problema y al comprobar que el electrodo tiene buena eficacia se procede a realizar la valoraciones complejométrica con EDTA y sulfato férrico amoniacal.

4.6 VALORACIONES COMPLEJOMÉTRICAS DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) CON EDTA

1. Se analizan los datos obtenidos de la pasada experimentación y se llega a la conclusión que el electrodo POSAI-POSAI sigue teniendo una respuesta favorable y por lo tanto ya podemos realizar nuestra valoraciones complejométricas.
2. Se preparan las soluciones de EDTA y sulfato férrico amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) a una concentración de 0.01 M
3. Se llena la bureta de 10 ml con la solución de EDTA y en un vaso de vidrio de fondo cóncavo se agrega una alícuota de 4 ml de sulfato férrico amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) y se introducen el electrodo POSAI-POSAI y el electrodo de platino comercial como se muestra en la siguiente figura 6.
4. Se realizan 5 valoraciones complejométricas y con los datos obtenidos se determinan sus volúmenes de punto de equivalencia mediante la primera derivada.

- Finalmente los datos obtenidos del electrodo POSAI-POSAI se comparan con el del electrodo de platino comercial.

Esquema 11



Esquema 11. Montaje experimental para la valoración complejométrica con EDTA y sulfato férrico amoniacal.

4.6.1 RESULTADOS Y GRAFICAS OBTENIDAS DE LA VALORACIÓN COMPLEJOMETRICA DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) CON EDTA

Se llevan a cabo 5 valoraciones de sulfato férrico amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) y EDTA a la par con un electrodo de platino comercial y un electrodo POSAI-POSAI para hacer un comparación correspondiente y poder determinar si nuestro electrodo puede sustituir al electrodo de platino para el desarrollo académico y con los resultados experimentales obtenidos se trazan las curvas de valoración y con la primera derivada se determinan los volúmenes de punto de equivalencia.

Resultados experimentales de las valoraciones de EDTA con sulfato férrico amoniacal

Valoración 1			Valoración 2			Valoración 3			Valoración 4			Valoración 5		
Vol.	Pot. P	Pot. PP	Vol.	Pot. P	Pot. PP	Vol.	Pot. P	Pot. PP	Vol.	Pot. P	Pot. PP	Vol.	Pot. P	Pot. PP
0	672	538	0	678	534	0	679	397	0	674	437	0	665	442
0.5	672	538	0.5	673	534	0.5	677	392	0.5	673	437	0.5	667	434
1	670	540	1	671	536	1	676	387	1	666	433	1	667	434
1.5	670	540	1.5	669	536	1.5	672	379	1.5	665	431	1.5	663	427
2	668	544	2	667	534	2	670	373	2	660	429	2	660	422
2.5	668	546	2.5	665	534	2.5	664	366	2.5	658	423	2.5	658	420
3	666	548	3	661	530	3	660	357	3	656	417	3	654	416
3.5	665	550	3.5	654	528	3.5	654	349	3.5	652	409	3.5	652	410
4	663	550	4	649	524	4	648	342	4	646	401	4	647	404
4.5	660	548	4.5	644	522	4.5	638	331	4.5	639	391	4.5	641	398
5	656	546	5	634	515	5	630	321	5	629	379	5	635	390
5.5	654	544	5.5	621	509	5.5	617	305	5.5	615	364	5.5	622	376
6	650	542	6	600	493	6	597	288	6	597	339	6	603	355
6.25	646	540	6.3	581	481	6.25	481	200	6.3	562	298	6.3	588	338
6.5	644	538	6.5	513	451	6.5	458	180	6.5	477	226	6.5	489	251
6.75	642	536	6.8	460	421	6.75	435	173.6	6.8	449	212	6.8	473	241
7	386	378	7	415	377	7	417	171	7	417	202	7	449	227
7.25	354	346	7.3	381	345	7.25	383	167.4	7.3	369	191.6	7.3	415	209
7.5	336	316	7.5	347	309	7.5	362	166.9	7.5	337	184.6	7.5	400	201
7.75	322	288	7.8	331	297	7.75	348	165.6	7.8	317	180.8	7.8	389	198.3
8	310	270	8	314	281	8	335	163.4	8	299	177.1	8	385	197.5
8.5	304	258	8.5	289	259	8.5	317	162.5	8.5	275	171.9	8.5	375	196.4
9	300	250	9	282	253	9	299	159.5	9	271	170.9	9	371	193.2
9.5	298	246	9.5	274	243	9.5	291	157.5	9.5	269	169.4	9.5	367	192.4
10	298	245	10	274	241	10	288	155.3	10	265	168.9	10	364	191.7

Tabla 23. Resultados experimentales de la valoración de EDTA con sulfato férrico amoniacal. * Pot. P= Potencial de electrodo Platino, Pot. PP= Potencial de electrodo POSAI-POSAI, Vol.=Volumen Potencial= Milivolts, Volumen= Mililitros

Valoración 1

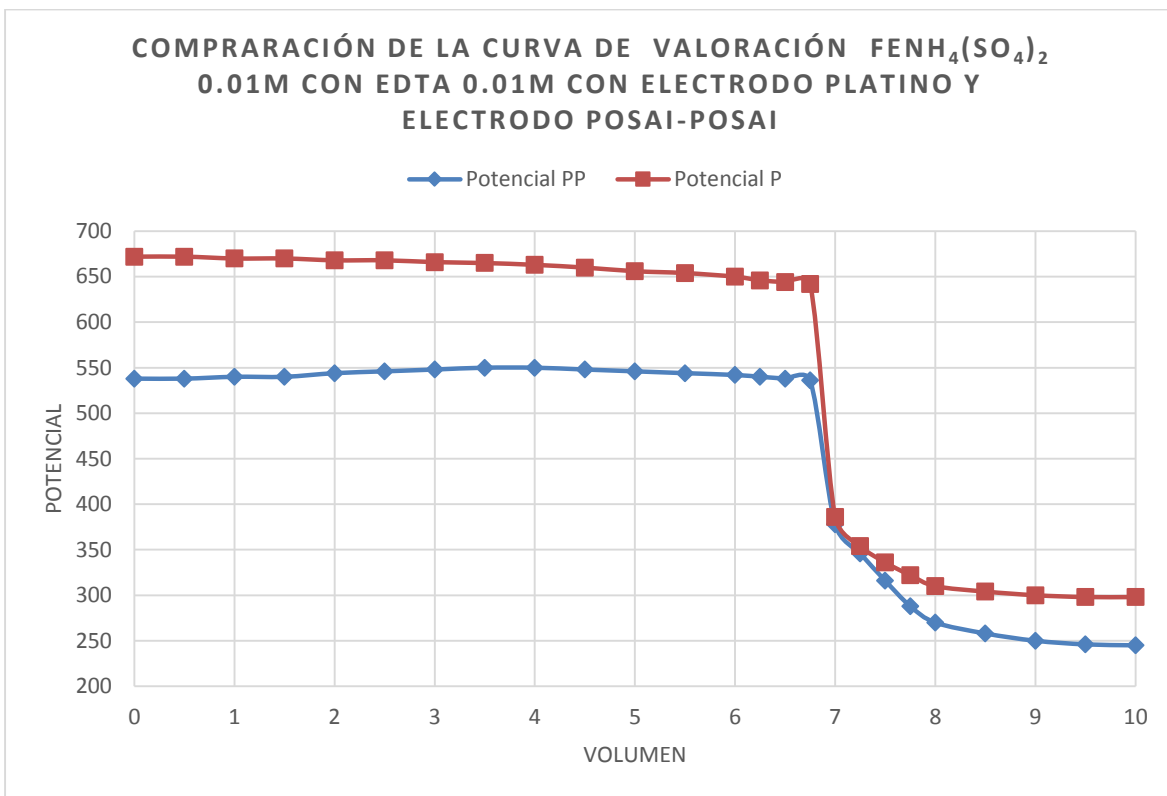


Grafico 22. Curva de valoración de comparación

POSAI- POSAI

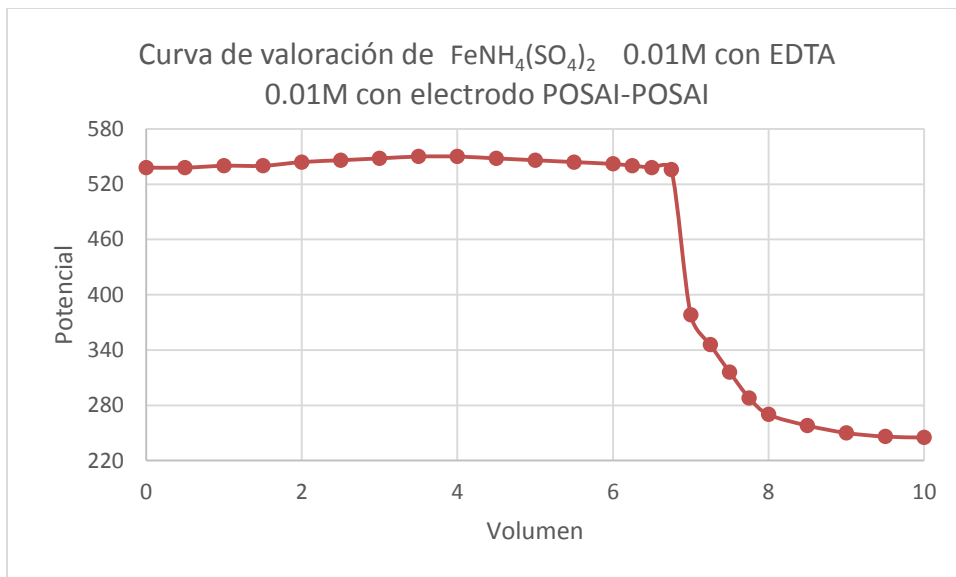


Grafico 23. Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

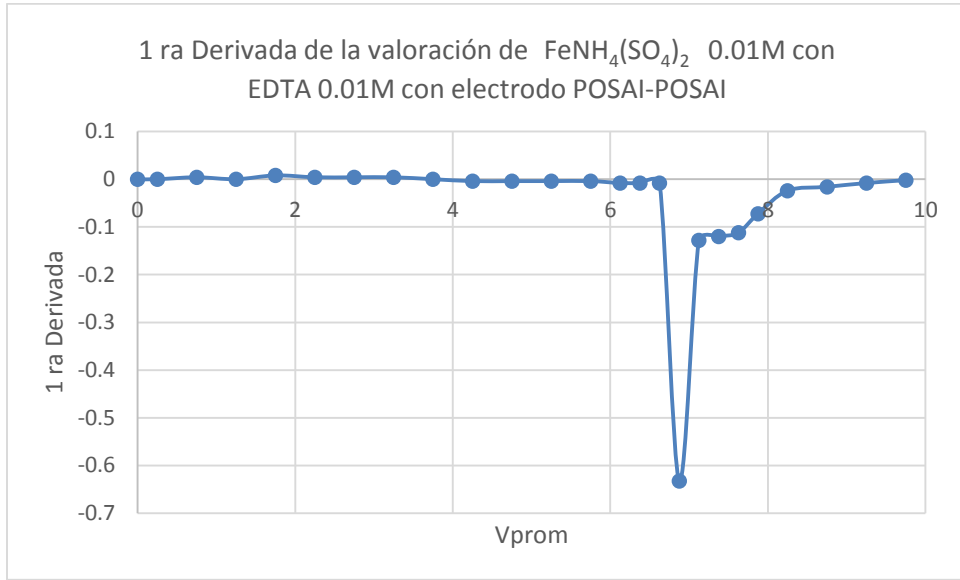


Grafico 24. Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

Electrodo Platino

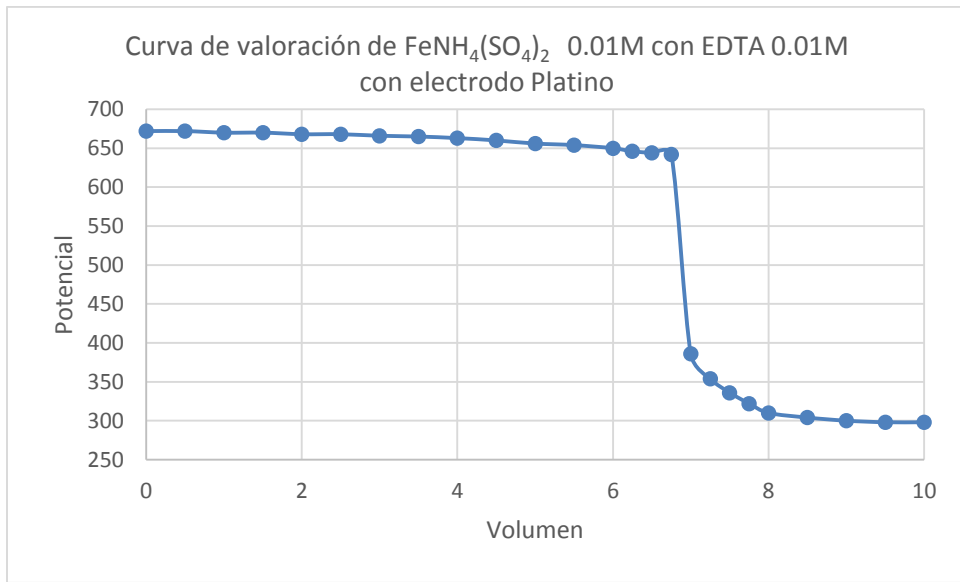


Grafico 25 Curva de valoración electrodo platino

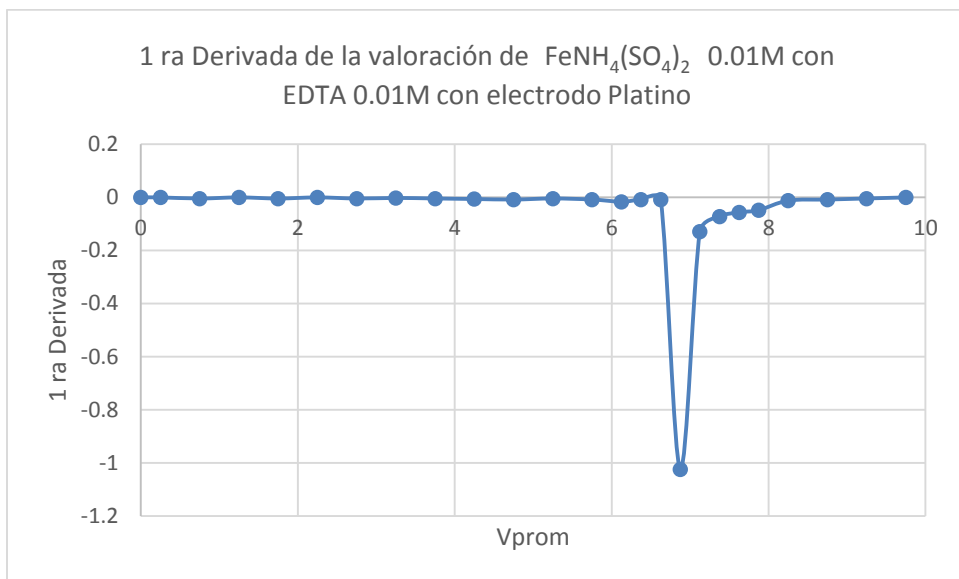


Grafico 26. Primera deriva electrodo platino

Valoración 2

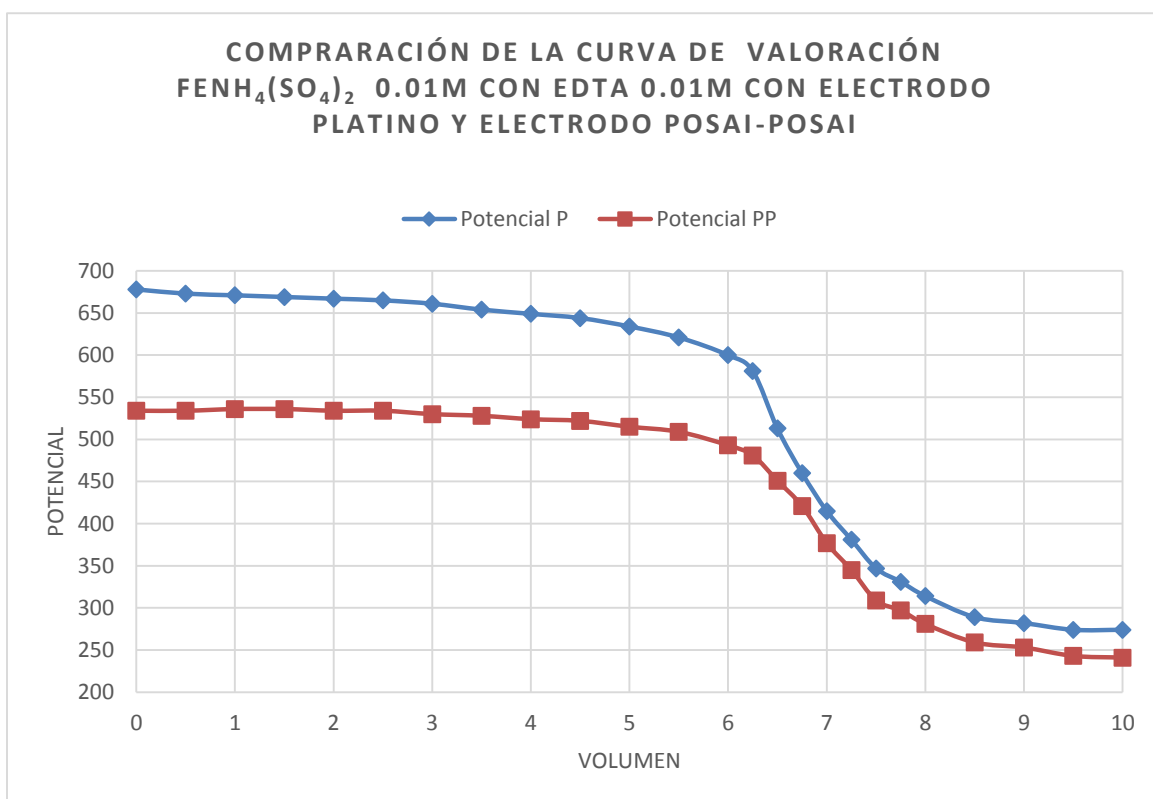


Grafico 27. Curva de valoración de comparación

POSAI-POSAI

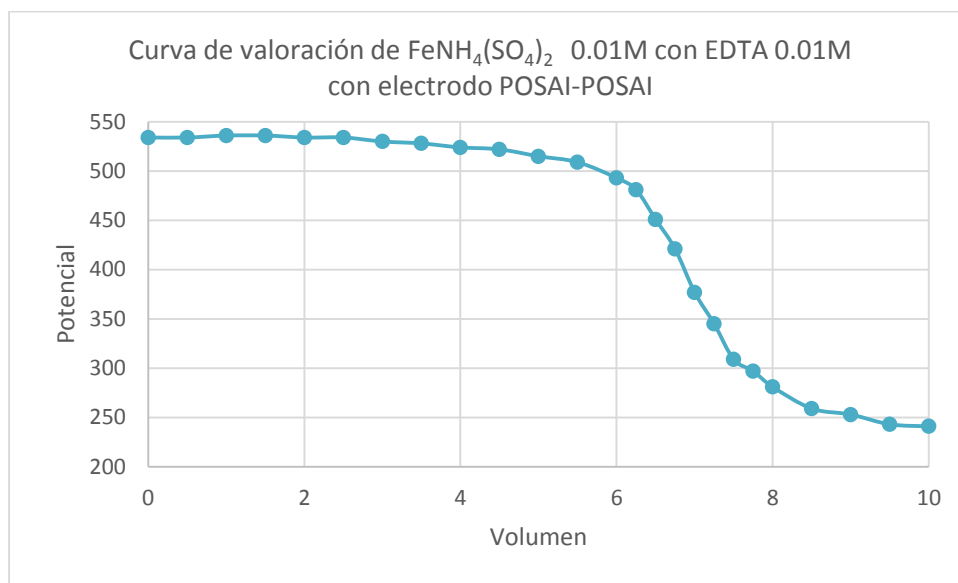


Grafico 28. Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

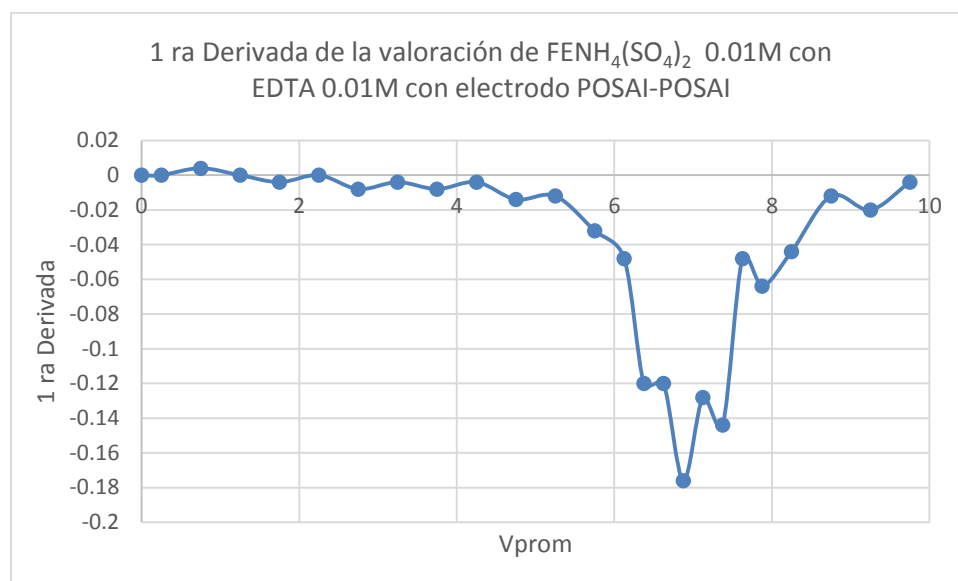


Grafico 29. Primera derivada electrodo POSAI-POSAI

Electrodo Platino

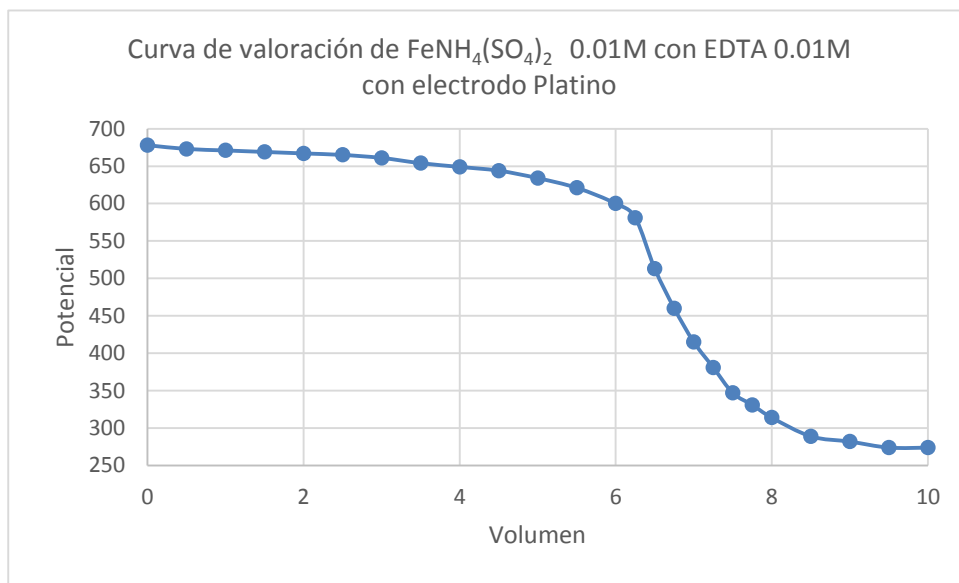


Gráfico 30. Curva de valoración electrodo platino

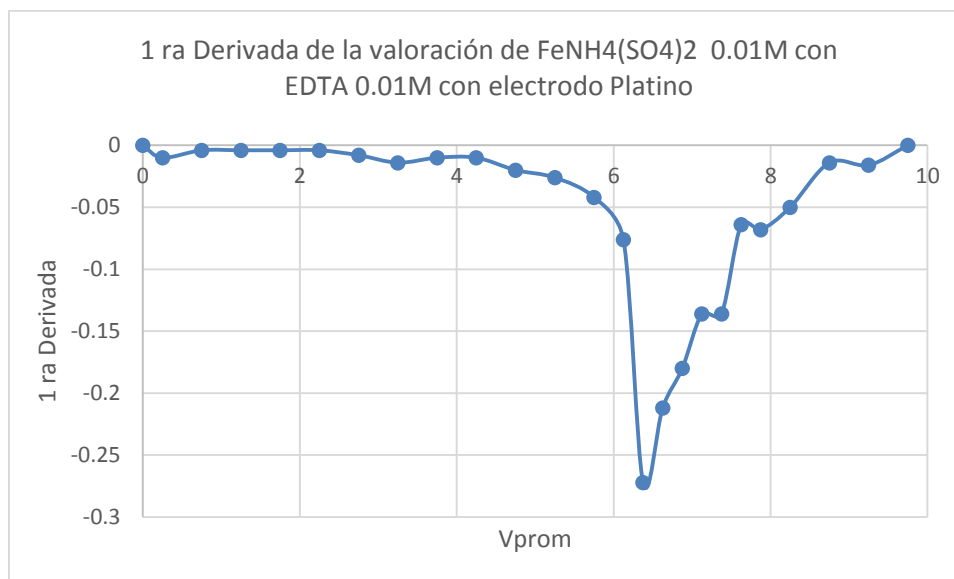


Gráfico 31. Primera derivada electrodo platino

Valoración 3

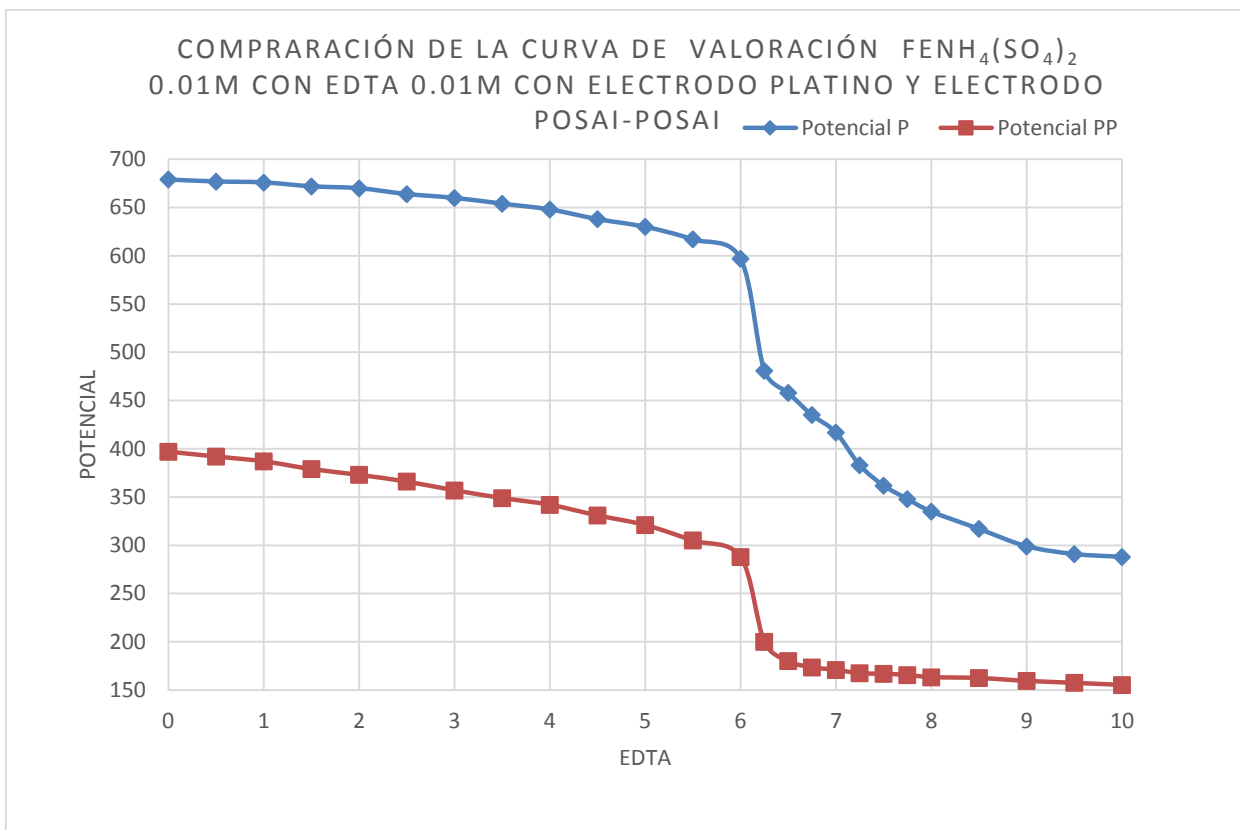


Grafico 32. Curva de valoración de comparación

POSAI-POSAI

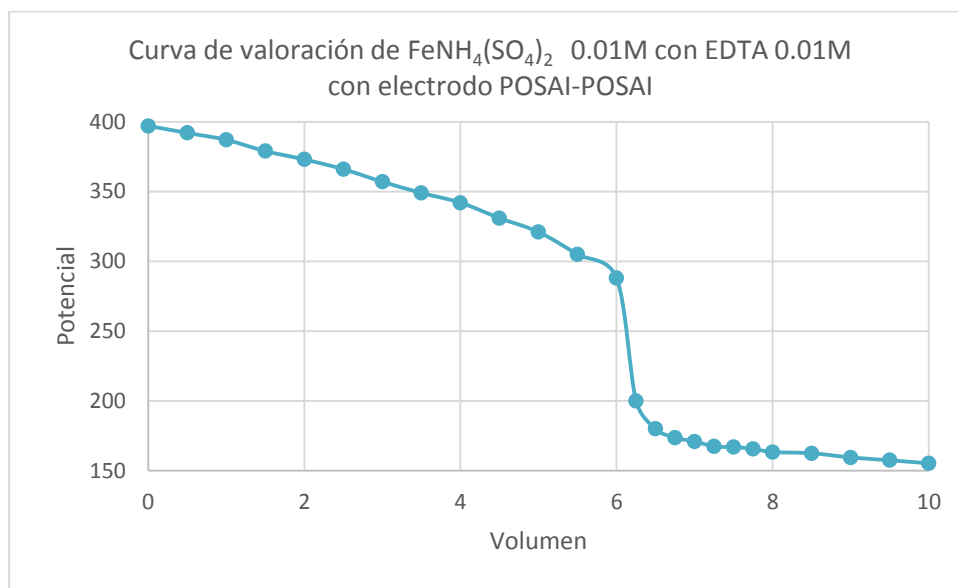


Grafico 33. Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

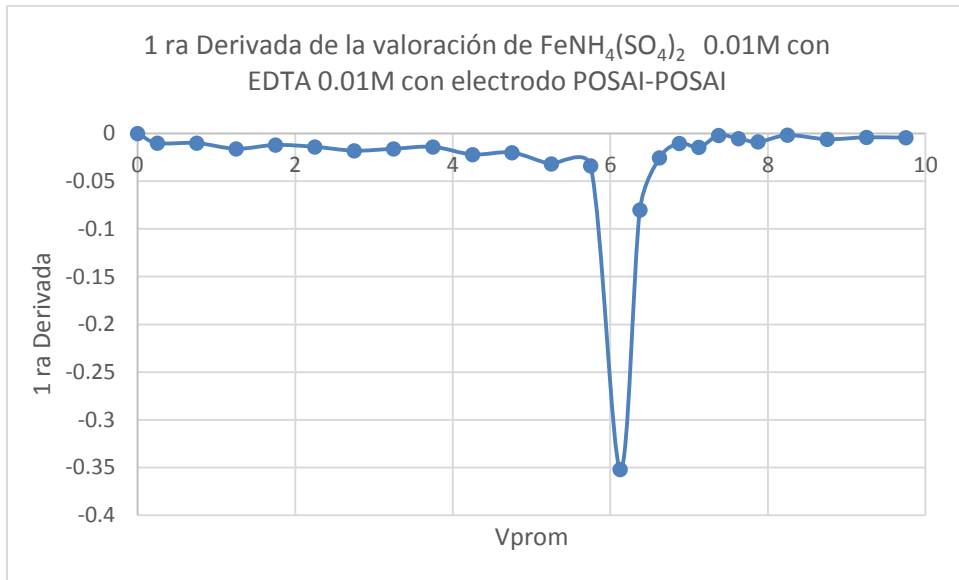


Grafico 34. Primera derivada electrodo POSAI-POSAI

Electrodo de Platino

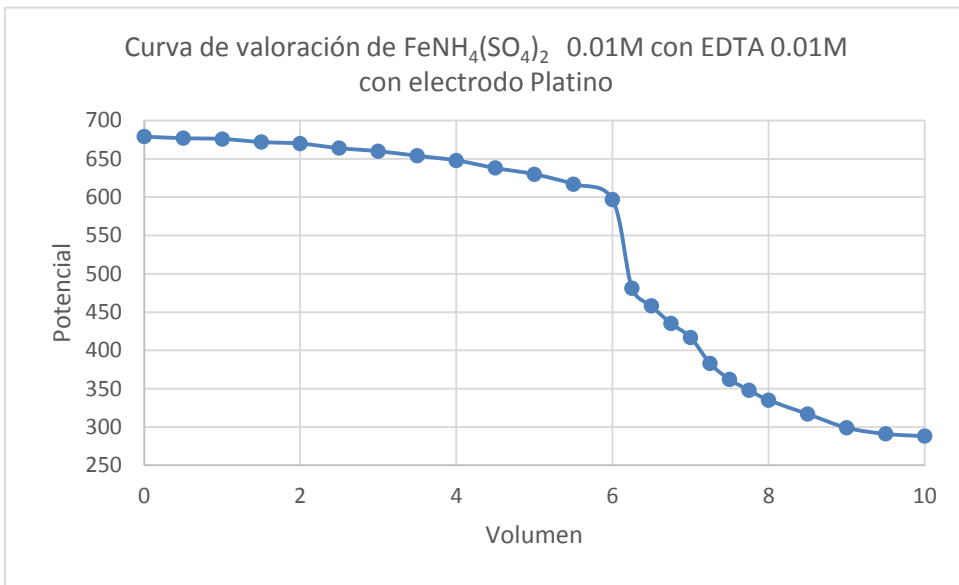


Grafico 35. Curva de valoración electrodo platino

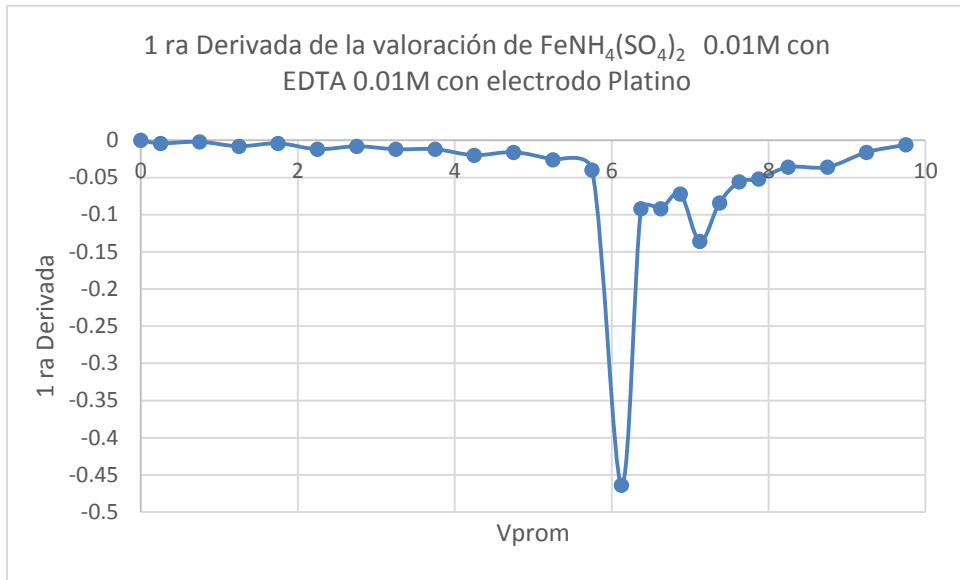


Grafico 36. Primera derivada electrodo platino

Valoración 4

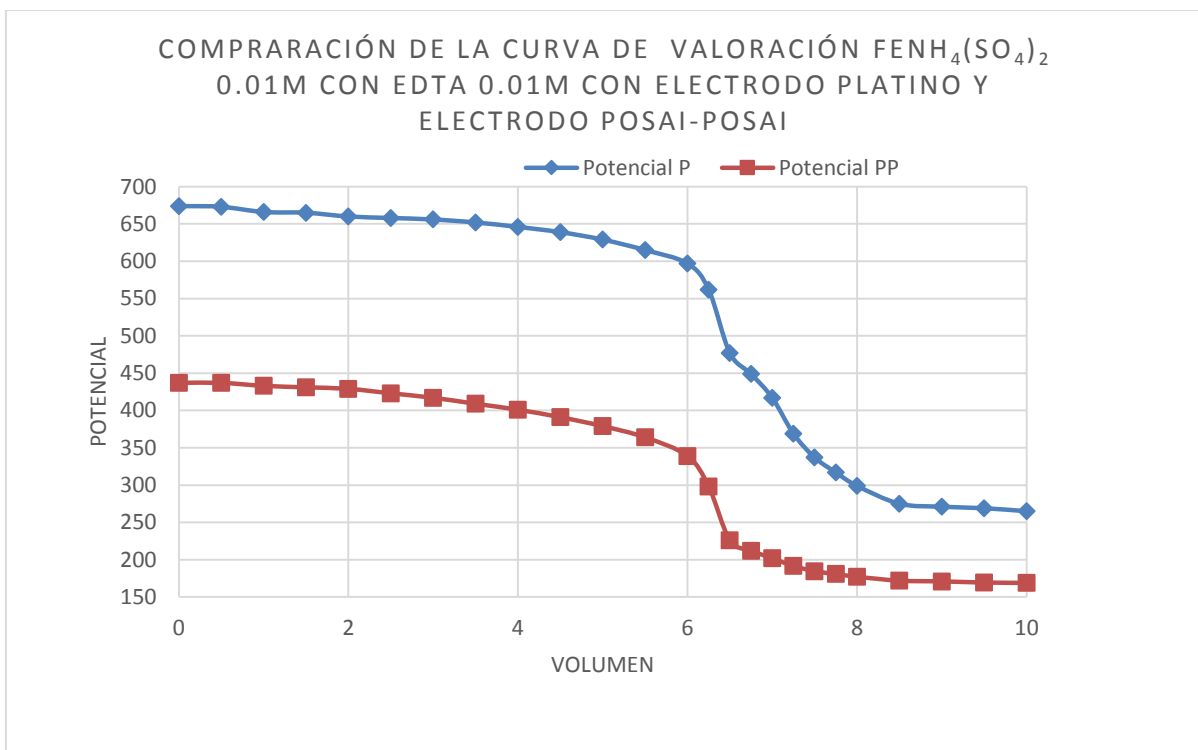


Grafico 37. Curva de valoración de comparación

POSAI-POSAI

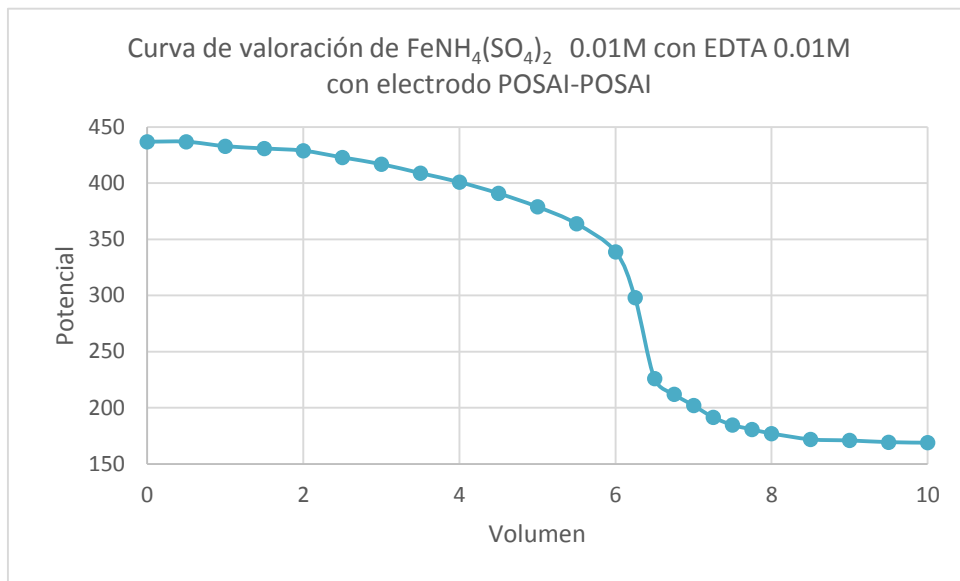


Grafico 38 Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

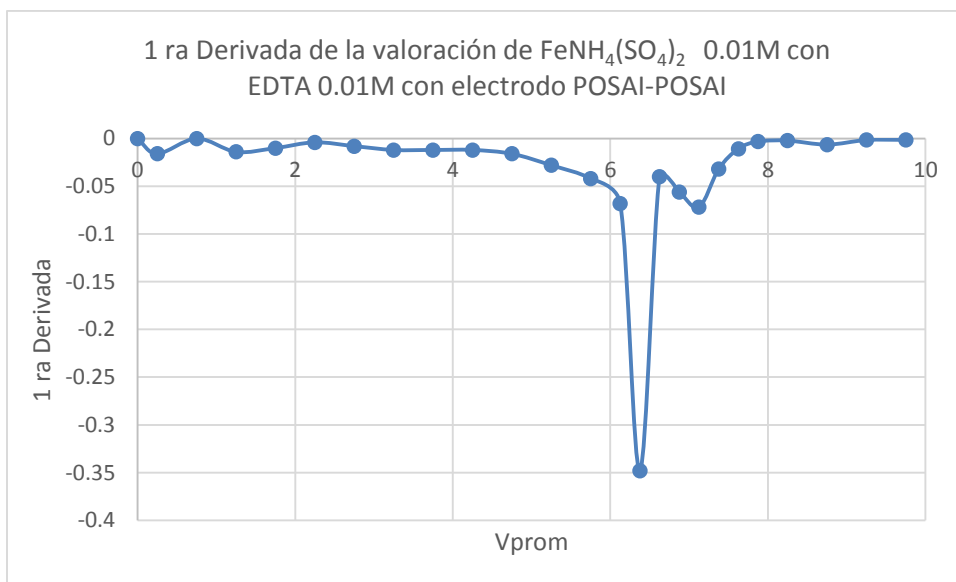


Grafico 39. Primera derivada electrodo POSAI-POSAI

Electrodo Platino

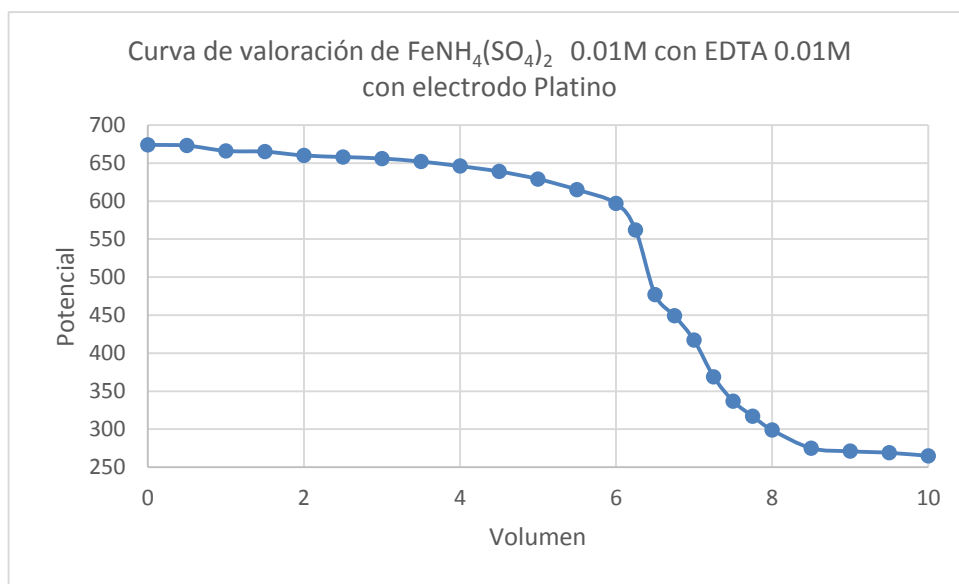


Gráfico 40. Curva de valoración electrodo platino

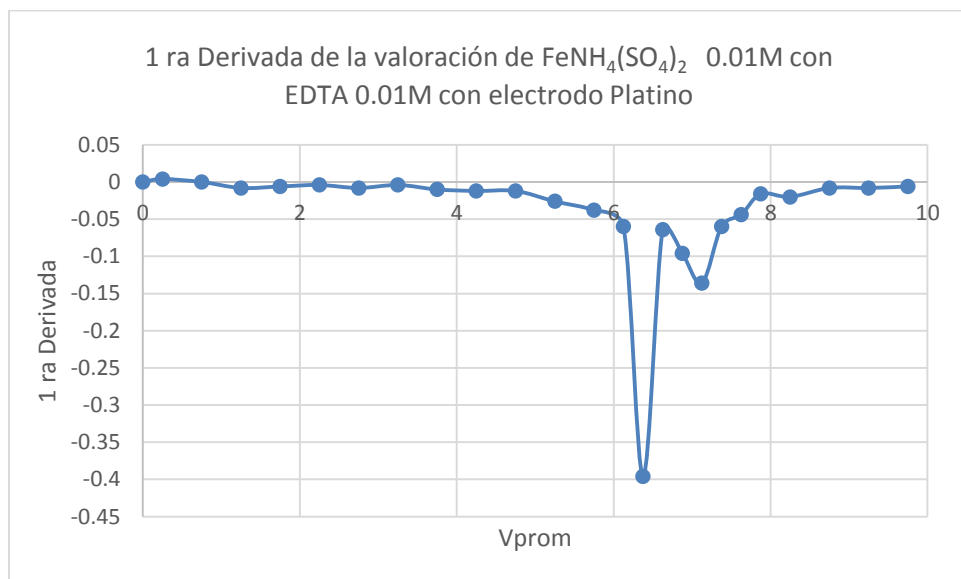


Gráfico 41. Primera derivada electrodo platino

Valoración 5

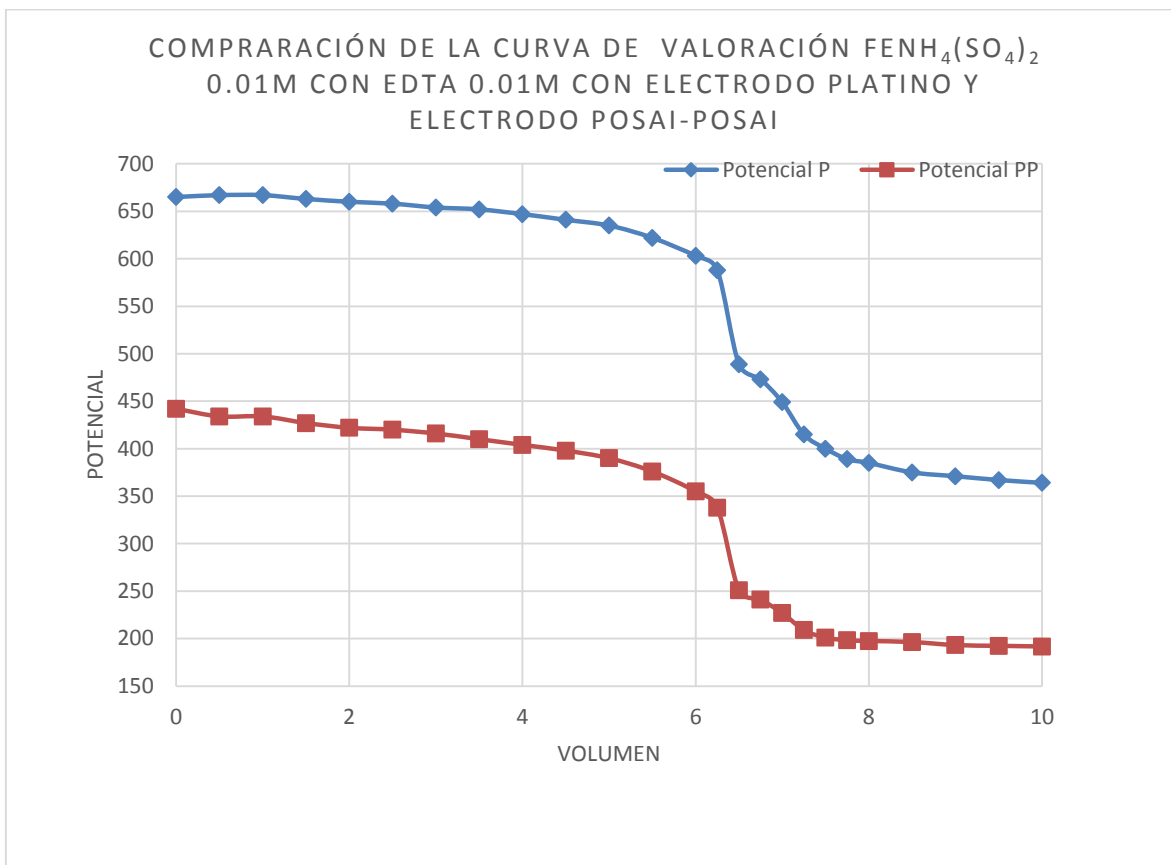


Grafico 42. Curva de valoración de comparación

POSAI-POSAI

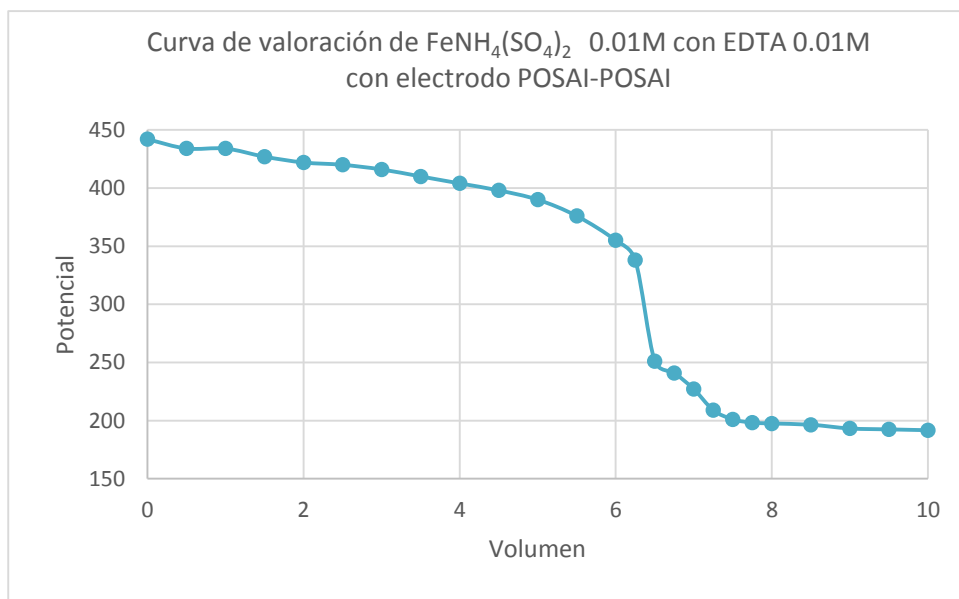


Grafico 43. Curva de valoración electrodo POSAI-POSAI

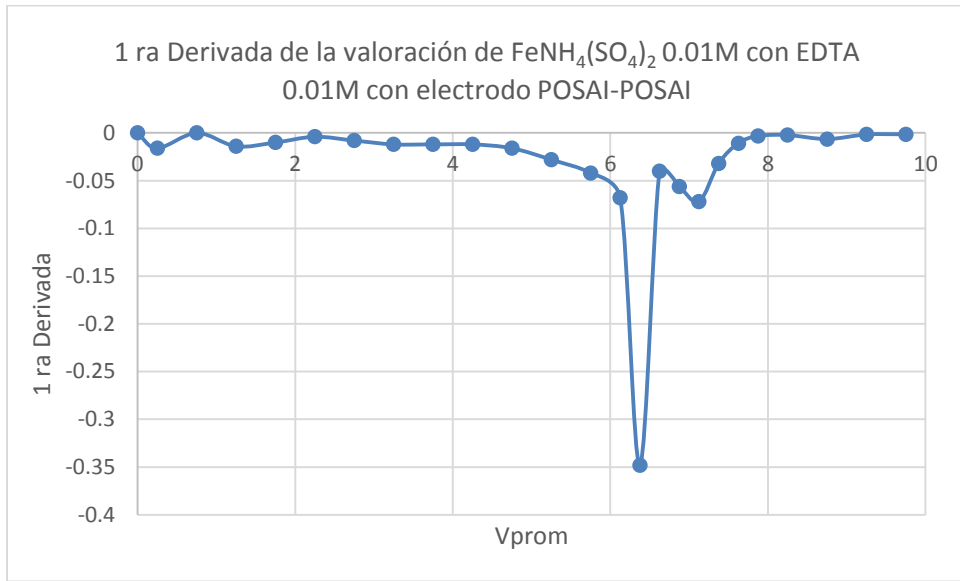


Grafico 44. Primera deriva electrodo POSAI-POSAI

Electrodo Platino

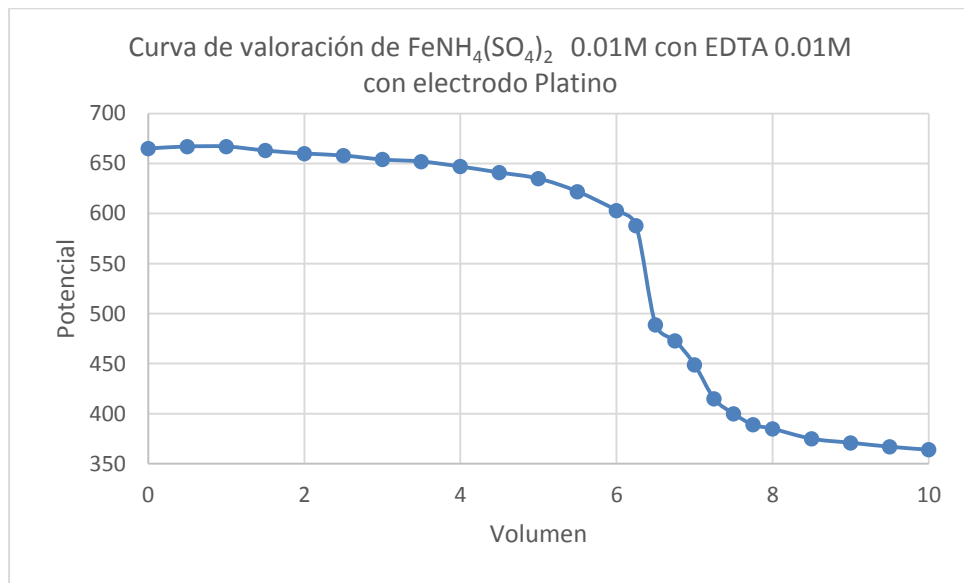


Grafico 45. Curva de valoración electrodo platino

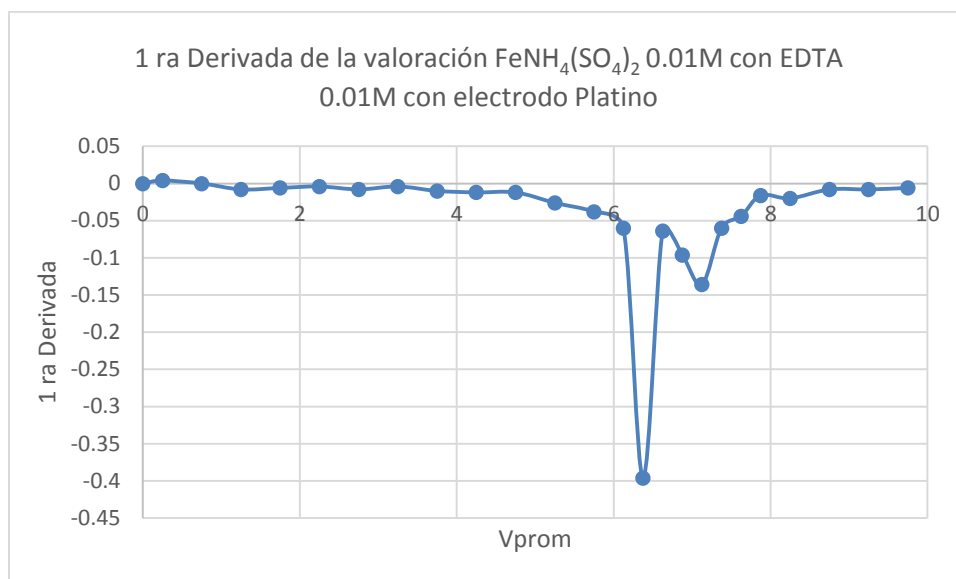


Grafico 46. Primera derivada electrodo platino.

4.6.2 TABLA DE RESULTADOS GENERALES ACUMULADOS DE LA VALORACION DE EDTA CON SULFATO FERRICO AMONICAL

Volúmenes de Puntos de Equivalencia (mL)

Valoración	P. EQ. Platino	P. EQ. POSAI-POSAI
1	6.875	6.875
2	6.875	6.375
3	6.125	6.125
4	6.375	6.375
5	6.375	6.375

Tabla 24. Resultados acumulados de los volúmenes de punto de equivalencia de la valoración complejométrica

*P.EQ= Puntos de equivalencia

Valoraciones con Electrodo POSAI-POSAI

Val.Posai	N. Teo.	Vol. Obt. ml	N EDTA	N. Exp	Vol. Val. (ml)	Mm Exp	Mm Teo.	PM	mg Esp.	mg Obt.	% Error
1	0.0163125	6.875	0.01	0.01719	4	0.118164	0.11215	482	54.07686	56.97753	-5.364
2	0.0163125	6.875	0.01	0.01719	4	0.118164	0.11215	482	54.07686	56.97753	-5.364
3	0.0163125	6.125	0.01	0.01531	4	0.093789	0.09991	482	48.17756	45.22415	6.13
4	0.0163125	6.375	0.01	0.01594	4	0.101602	0.10399	482	50.14399	48.99126	2.299
5	0.0163125	6.375	0.01	0.01594	4	0.101602	0.10399	482	50.14399	48.99126	2.299
Total		6.525									

Tabla 25. . Resultados de porcentaje de error de la valoración complejométrica

* Val. Posai= Valoración Posai, N Teo= Normalidad Teórico, Vol Obt= Volumen Obtenido, N Exp= Normalidad Experimental, Vol. Val=Volumen Valorado, Mm exp= Milimoles Experimentales Mm Teo= Milimoles Teórico, PM= Peso Molecular, mg Esp= Miligramos Especifico, mg Obt= Miligramos Obtenidos.

Valoraciones con Electrodo Platino

Val. Platino	N. Teo.	Vol. Obt. ml	N EDTA	N. Exp	Vol. Val. (ml)	Mm Exp	Mm Teo.	PM	mg Esp.	mg Obt.	% Error
1	0.0160625	6.875	0.01	0.01719	4	0.118164	0.11043	482	53.24809	56.97753	-7.004
2	0.0160625	6.375	0.01	0.01594	4	0.101602	0.10240	482	49.3755	48.99126	0.778
3	0.0160625	6.125	0.01	0.01531	4	0.093789	0.09838	482	47.43921	45.22415	4.669
4	0.0160625	6.375	0.01	0.01594	4	0.101602	0.10240	482	49.3755	48.99126	0.778
5	0.0160625	6.375	0.01	0.01594	4	0.101602	0.10240	482	49.3755	48.99126	0.778
Total		6.425									

Tabla 26. . Resultados de porcentaje de error de la valoración complejométrica.

* Val. Posai= Valoración Posai, N Teo= Normalidad Teórico, Vol Obt= Volumen Obtenido, N Exp= Normalidad Experimental, Vol. Val=Volumen Valorado, Mm exp= Milimoles Experimentales Mm Teo= Milimoles Teórico, PM= Peso Molecular, mg Esp= Miligramos Especifico, mg Obt= Miligramos Obtenidos.

4.6.3 ANALISIS DE RESULTADOS DE LA VALORACION DE EDTA CON SULFATO FÉRRICO AMONICAL

Al realizar las valoraciones complejométricas nuestros objetivos es el comparar el funcionamiento correcto del electrodo POSAI-POSAI y ser comprado con un electrodo de platino comercial y con la experimentación se puede concluir que los datos obtenidos con el electrodo POSAI-POSAI son muy semejante con los del electrodo de platino y con este estudio se puede decir que nuestro electrodo POSAI-POSAI puede sustituir un electrodo comercial con la ventaja que con su elaboración de un electrodo POSAI-POSAI es de muy bajo costo, los residuos producidos son menores, se requieren de menor cantidad de soluciones para su estudio y con esto ayudar al medio ambiente en comparación con un electrodo de platino comercial.

5.- CONCLUSIONES

Se logró elaborar un electrodo combinado POSAI-POSAI, que fue utilizado en microvaloraciones potenciométricas de Sulfato Férrico Amoniacal ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$) con EDTA, como un electrodo alternativo al electrodo comercial de platino, no se presentó ningún problema en el seguimiento de dicha microvaloración, al hacerla comparación estadística (t de Student) de los resultados obtenidos por el método con electrodo comercial de platino y los obtenidos con el electrodo POSAI-POSAI elaborado se obtuvo una t de tablas de 2.228 con un intervalo de confianza de 95 %, la t experimental fue de 0.5165, es decir la t de tablas es mayor que la t calculada, lo que implica que no existe diferencia significativa entre las dos medias de los resultados obtenidos, por lo que es equivalente utilizar un electrodo combinado de platino que un electrodo POSAI-POSAI. Inclusive se puede observar en las tablas 25 y 26 que el intervalo de error de la recuperación del reactivo valorado fue, para el caso del electrodo de platino de -7.009 a 4.669, y para el electrodo POSAI-POSAI el intervalo fue de -5.364 a 6.13, es decir el intervalo de error para el POSAI-POSAI fue menor que para el electrodo comercial de platino. Esto representa diversas ventajas: se pueden elaborar electrodos equivalentes a los electrodos comerciales de platino combinados a bajo costo, por el diseño elaborado, se pueden efectuar microvaloraciones, generándose un ahorro sustancial en el uso de reactivos y se minimizan los desechos.

6.- BIBLIOGRAFÍA

1. Harris, C. Daniel. **Análisis Químico Cuantitativo** 3ª edición. Grupo Editorial Iberoamérica, México D.F. 1991.
2. Orozco D. Fernando. **Análisis Químico Cuantitativo**. 20ª edición. Editorial Porrúa, México D.F.
3. Rosales-Saavedra, **Revista de la Sociedad Química de México**, Vol.42 Núm. 4, 1998
4. Gaston Charlot. **Curso de Química Analítica General**. Tomo 1, 2º Edición, Grupo Editorial Toray-Masson.
5. Gaston Charlot. **Curso de Química Analítica General**. Tomo 2, 2º Edición, Grupo Editorial Toray-Masson.
6. Herbert H. UHLIG. **Corrosión y control de corrosión**, Urmo, S.A. de Ediciones. Bilbao, España, 1979, 13-20p.p.
7. SYDNEY H. AVNER. **Introducción a la metalurgia física**. 2º Edición, Mc Graw Hill, México, D.F., 1988, 360- 365p.p.
8. Genaro Rosales; Jose de Jesus Perez Saavedra. **Estudio Potenciométrico del Ácido Fluorhídrico con Electrodo POSAI-316**. Revista de la Sociedad Química de México, Vol.42 Núm. 4, 1998, 181-185
9. Pérez Saavedra José de Jesús; Sonia Rincón Arce. **Potenciometría de oxidoreducción a microescala en docencia**. Tecnología en marcha vol. 24 No. 2, 44-52, 2011.
10. Rincón Arce Sonia; Pérez Saavedra José de Jesús. **Potenciometría con volúmenes a nivel microescala en educación**. Revista Educación Química. Vol. 14 No. 3, 148-151, 2003.
11. Arnaiz, F. J., **Química en microescala en los laboratorios de Química Inorgánica y Organometálica**, Educación Química, 16(4), 504-508, 2005
12. A.Skoog Douglas, Holler. F. James, H. West. **Análisis instrumental** (2ª edición). México: Interamericana. Pág.: 577-579, 34-39.
13. A.Skoog Douglas, H. West. **Introducción a la química analítica**. Barcelona, España: Reverté. Pág. 460-464, 470-478.
14. A.Skoog Douglas, Holler. F. James, H. West. **Fundamentos de química analítica** (4ª edición). España: Reverté. Pág. 434
15. A.Skoog Douglas, Holler. F. James, A. Timothy Nieman. **Principios de análisis instrumental** (5ª edición) [PDF]. España: McGraw Hill. Pág.: 23, 639-642, 919-933.
16. Baeza, A., de Santiago. A, Galicia E., **Titulación de halogenuros a microescala total con microsensores de Ag y de microreferencia de bajo costo sin puente salino**, Rev. Chil. Educ. Cient, 3(1), 2004.
17. Berry, D. E., **¿Micro escala o reducción de escala? Perspectivas en Química Inorgánica**, Educación Química, 11(2), 256-260, 2000.
18. Calderón Escamilla F., **Ultramicrovaloraciones potenciométricas que involucran al ion plata**. Tesis UNAM-FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México.2009.

19. <http://sensorpotenciometrico.blogspot.com>.
20. Charlot, Gaston y Perez, V. Santiago. **Curso de química analítica general** (2ª ed tomo II) [PDF]. Barcelona, España: Toray-Masson. Pág: 49, 68, 69, 78, 79, 80-82, 90, 91, 190-193.
21. C. Giancolí, Douglas. **Física para universitarios** (3ª edición vol. II). México: Prentice Hall. Pág. 675, 684, 687.
22. Díaz Ricart, L. F., **Microvaloración Potenciométrica de Cafeína en Cafegot y Cafiaspirina Mediante la Técnica USP, Utilizando Películas de Óxido Sobre Acero Inoxidable 316, como Electrodo Indicador**. Tesis UNAM-FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México. 2002.
23. Douglas C. Montgomery. **Probabilidad y Estadística aplicadas a la ingeniería**. México: McGraw Hill. Pág. 372-382, 385-391, 726.
24. <http://tesisdeinvestig.blogspot.com/2011/05/teoría-de-pequñas-muestras-o-teoría.html>.
25. Gilbert, H. Ayres. **Análisis Químico Cuantitativo** (2ª edición) [PDF]. D.F, México: Harla. Pág. 513-517, 522-527, 533-536.
26. Harris, C. D. **Análisis Químico Cuantitativo** (5ª edición) [PDF]. Barcelona España: Reverté. Pág.: 69-72, 77-80, 367-370.
27. Ibáñez, J. G., **La Química en microescala en México: hacia una panorámica general**, Educación Química, 11(1), 168-171, 2000.
28. <http://química.laguia2000.com/general/celdas-electroquimicas.blogspot.com>
29. M. Eisberg, Robert. **Física: Fundamentos y aplicaciones** (vol.II). México: McGraw

7.- ANEXO I

MATERIAL

1. 2 Alambres de acero inoxidable 316 de 4 cm, calibre 75
2. 2 Potenciómetro Oakton
3. 3 Vasos Precipitados 100 ml
4. 2 Vasos Precipitados 50 ml
5. 1 Matraz aforado 500 ml
6. 1 Matraz Aforado 250 ml
7. 1 Matraz Aforado 100 ml
8. 1 Matraz Aforado 10 ml
9. 1 Pipeta Volumétrica 1 ml
10. 1 Pipeta Volumétrica 2 ml
11. 1 Pipeta Volumétrica 5 ml
12. 1 Pipeta Volumétrica 10 ml
13. 1 Pipeta Graduada 10 ml
14. 2 Propipetas
15. Balanza analítica
16. 2 Soporte universal
17. 1 Agitador magnético
18. 3 Puentes salinos
19. 1 Cable Coaxial con conexión tipo BNC
20. 1 Electrodo de platino
21. Solución Buffer de pH 4
22. Solución Buffer de pH 7
23. Solución Buffer de pH 10
24. 1 Parrilla Eléctrica
25. 1 Espátula
26. 1 Termómetro
27. 2 Caimanes Eléctricos
28. 2 Bureta 10 ml
29. 5 Vasos de vidrio con fondo cóncavo (vasos tequileros)
30. 1 Cautín
31. Soldadura
32. Silicón Marca Sista
33. 1 Pinza de Punta
34. 3 Vidrio de Reloj

REACTIVOS

Reactivo	Concentración	Peso Molecular	Pureza%	Productores
Hidróxido de Sodio (NaOH)	0.01 M	40	99	DILUIT-IT
EDTA	0.01 M	292.24		
Ácido Fosfórico (H ₃ PO ₄)	0.01M	98	85	Productos Químicos Monterrey, S.A.
Sulfato Férrico Amoniacal (FeNH ₄ (SO ₄) ₂)	0.01			
Ácido Nítrico (HNO ₃)		63	65.3	J.T. Baker, S. A. de C. V.
Ácido Clorhídrico (HCl)		36.46		
Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄)		98	97	Productos Químicos Monterrey, S.A.
Trióxido de Cromo (CrO ₃)		99.99	99	J.T. Baker, S. A. de C. V.
Acetona				

ANEXO II ANALISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS

	Volumen del Punto de equivalencia de electrodo combinado POSAI EDTA (mL)	Volumen del Punto de equivalencia de Electrodo de platino EDTA (mL)
	6.875	6.875
	6.875	6.375
	6.125	6.125
	6.375	6.375
	6.375	6.375
PROMEDIO	6.525	6.425

Para la obtención de la t experimental (t_{exp}) se hace uso de la ecuación

$$t_{experimental} = \left[\frac{X_{1\ prom} - X_{2\ prom}}{s} \right] * \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

$$s = \sqrt{\frac{[\Sigma(X_i - X_{prom\ 1})^2 + \Sigma(X_i - X_{prom\ 2})^2]}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Donde:

n = numero de datos por columna

X_{prom} = medias promedio

t experimental = t calculada

s = Desviación estándar combinada

EDTA		
	Electrodo POSAI- POSAI	Electrodo Platino
	(xi-xprom1)^2	(xi-xprom2)^2
	0.1225	0.2025
	0.1225	0.0025
	0.16	0.09
	0.0225	0.0025
	0.0225	0.0025
SUMATORIA	0.45	0.3

Sustituyendo en las ecuaciones sabiendo que $n_1=5$ y $n_2=5$

$$s = \sqrt{\frac{[0.45 + 0.3]}{8}} = 0.3061$$

$$t_{\text{experimental}} = \left[\frac{6.525 - 6.425}{0.3061} \right] * \sqrt{\frac{25}{10}} = 0.5165$$

$$t \text{ de tablas (intervalo 95\%)} = 2.228$$