



**Universidad Nacional Autónoma
de México**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

**ULTRAMICROVALORACIÓN
POTENCIOMÉTRICA DE PERÓXIDO DE
HIDRÓGENO CON PERMANGANATO DE
POTASIO**

**Tesis para obtener el Título de:
Licenciado en Farmacia**

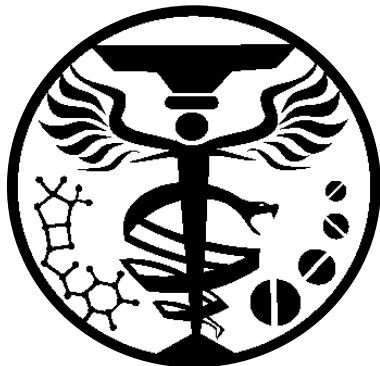
P R E S E N T A:

Delgadillo Martínez Rubén Alfredo

Directores de Tesis:

Q. Sonia Rincón Arce

Dr. José de Jesús Pérez Saavedra



2015



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

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

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN
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

Ultramicrovaloración potenciométrica de peróxido de hidrógeno con permanganato de potasio.

Que presenta el pasante: Ruben Alfredo Delgadillo Martínez
Con número de cuenta: 412064221 para obtener el Título de la carrera: Licenciatura en Farmacia

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 29 de Enero de 2016.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Q.F.B. Delia Reyes Jaramillo	
VOCAL	M.C. Marina Lucía Morales Galicia	
SECRETARIO	Q. Sonia Rincón Arce	
1er. SUPLENTE	Dr. Julio César Botello Pozos	
2do. SUPLENTE	L.F. Miguel Angel Trejo Rodríguez	<u>Trejo Rodríguez Miguel A.</u>

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

IHM/mgtr*



Agradecimientos

A la máxima casa de estudios, la Universidad Nacional Autónoma de México, es para mí un orgullo formar parte de ella y de aquellos que tuvieron el privilegio de pertenecer a esta institución.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, por abrirme sus puertas y acogerme e impulsar mi desarrollo no solo profesional sino también humano.

A mi abuela Ma. Guadalupe Hernández Galván que ha sido un pilar y un apoyo incondicional durante toda mi vida y que gracias a sus buenos deseos y carácter único me llevaron adelante a concluir mis sueños.

A mis padres por demostrar el amor que me tienen siempre dando su apoyo en los proyectos que he realizado en la universidad y a lo largo de mi vida

A mis asesores, Sonia Rincón Arce y José de Jesús Pérez Saavedra por todo el apoyo y las facilidades que me brindaron para el desarrollo de todos los proyectos en los que nos involucramos y no solo de este trabajo, pero sobre todo por su comprensión y amistad. Por ustedes hoy presento este trabajo con mucho cariño y respeto.

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

Muchas gracias

Rubén A. Delgadillo Martínez



Contenido

Agradecimientos.....	3
Antecedentes.....	6
Introducción	7
Objetivo General	8
Objetivos Particulares	8
Hipótesis de trabajo.....	8
MARCO TEORICO.....	9
1. Valoraciones	9
1.1 Clasificación de los métodos volumétricos	9
1.1.1 Valoraciones potenciométricas de óxido-reducción.....	10
1.2 Celdas voltaicas.....	11
1.3 Forma de las curvas de valoración redox.....	13
1.3.1 Gráficos de Gran.....	15
2. Micropipetas.....	17
3. Buretas.....	18
4. Tipos de error en la experimentación.....	19
4.1 Procedimiento para evitar errores en el análisis volumétrico.....	20
4.2 Intervalos de confianza como estimaciones de la incertidumbre experimental.....	21
5. Pruebas de significancia.	21
5.1 Comparación de medias utilizando la t de Student.	22
5.2 Prueba de distribución de Fisher (prueba F)	24
6. Valoraciones a microescala.....	25
7. Peróxido de hidrógeno.....	26
7.1 Mecanismo de acción.....	26
7.2 Estabilidad y condiciones de uso	27
7.3 Grados de uso del peróxido de hidrógeno.....	27
7.4 Reacción de valoración para el peróxido de hidrógeno.	29
8. Procedimiento experimental.....	29
8.1 Obtención de la muestra.....	29
8.2 Preparación de H_2O_2 estándar.	30
8.3 Preparación de la muestra (para valoraciones convencionales).	30



8.4	Preparación de KMnO_4 estándar.	30
8.5	Montaje experimental de las valoraciones convencionales.	31
8.6	Montaje experimental de las ultramicrovaloraciones.	32
9.	Resultados experimentales.	33
9.1	Valoraciones convencionales del estándar	34
9.2	Valoraciones convencionales de la solución tópica.	35
9.3	Ultramicrovaloraciones de la solución tópica.	36
10.	Tratamiento de resultados	37
11.	Análisis de Resultados.....	38
11.1	Pruebas estadísticas para el análisis de resultados.....	38
11.1.1	Cálculo de F.	39
11.1.2	Cálculo de t.....	40
12.	Conclusiones.....	42
	Referencias:	44
	Anexos	45
	Anexo 1.- Tablas del marco teorico	45
	Anexo 2.- Tablas de resultados experimentales.	47



Antecedentes

Al experimentar en los laboratorios del área de Ciencias Químicas, uno de los motivos de aprendizaje es el buen uso de los reactivos químicos, ya que aunque no lo parezca presentan costos en la experimentación; el primero es en su adquisición, el segundo es la disposición de sus desechos e inclusive hay un costo en su almacenaje. Por otro lado el material y equipo es reutilizable por muchas ocasiones, dependiendo del cuidado que se tenga, amortizándose su costo, cada vez que se utiliza.

Los esquemas de trabajo experimental tradicional, hacen necesario el uso de grandes cantidades de reactivos, en algunas ocasiones, ligeras modificaciones en la metodología experimental, como es la sustitución de vasos de precipitados por recipientes de fondo cóncavo (Pérez y Rincón, 2010) propician un ahorro significativo del uso de reactivos y la consiguiente disminución de desechos, sin alterarse los resultados experimentales obtenidos con el montaje tradicional, además de que en la década actual ha resurgido un movimiento en todo nuestro país para emplear la química en microescala en los laboratorios de enseñanza en los niveles medio-superior y superior.

Lo descrito anteriormente coincide con la generación de una conciencia ambiental que lleva a cuestionar los métodos tradicionales de vivir y de hacer las cosas, en favor de posibilidades más acordes con una cultura de conciencia ambiental y de racionalidad en la utilización de los recursos naturales (Ibáñez, 2000), con la idea de "Fomentar un cambio cultural en la comunidad estudiantil, a través del uso de las técnicas de microescala, que propicie la utilización racional de los recursos y haga conciencia sobre la contaminación y conservación del medio ambiente, sin detrimento de la calidad de la enseñanza" (Carrillo, 1997).

Estas proyecciones hacen que autores (Torres y Castrellón, 2000) comenten que:

Aprendizaje + Microescala = -Residuos Peligrosos + Seguridad.

Consumando que con respecto a la Química a escala convencional, la Química a Microescala ha demostrado su gran utilidad en los siguientes aspectos prácticos: menor espacio de almacenamiento, menor cantidad de desechos, menor riesgo de operación, menor gasto de disolventes, posibilidad de trabajo de campo, y en el aula menor tiempo de operación y equipamiento. (Baeza, 2006) y aunque sea necesario invertir en algún equipo especial de un costo elevado, este gasto no impacta de manera importante la experimentación, ya



que este equipo se utilizará en múltiples ocasiones compensándose su costo, en el ahorro de reactivos (Berry, 2000).

En la actualidad existen diversos trabajos en donde se emplea la química a microescala para demostrar que los resultados entre métodos convencionales y las nuevas metodologías proporcionan el mismo grado de confiabilidad, pero pocos de estos trabajos son realizados para las áreas de la Farmacología; el trabajo realizado por *Islas C. G.*, (2014) mediante la validación de un método potenciométrico a microescala para valorar naxoxeno sódico es un ejemplo de los trabajos que se desarrollan en los laboratorios de química analítica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, y es por ello que en base a este trabajo se propone la valoración a microescala de un antiséptico (peróxido de hidrogeno) con permanganato de potasio.

Introducción

Los métodos analíticos para la cuantificación de sustancias químicas son muy diversos y según el que se seleccione, se presentan diferentes problemáticas, por ejemplo, algunos requieren de instalaciones especiales como es el caso de Absorción Atómica o de aditamentos de alto costo (columnas cromatográficas) etc.

A diferencia de estos métodos, la potenciometría es de bajo costo, amigable en cuanto su manejo y se pueden utilizar equipos para trabajo de campo. En general, se tiene la idea de que la potenciometría solo es útil para medir pH, olvidándose que mediante esta técnica se pueden realizar valoraciones empleando electrodos selectivos de iones, de óxido-reducción, estudios cinéticos, determinación de parámetros termodinámicos e inclusive llevar a cabo valoraciones complejométricas.

Mediante la Potenciometría, se pueden cuantificar ácidos y bases, de manera directa utilizando un electrodo combinado de vidrio, de igual manera ocurre con las valoraciones de óxido-reducción. Para el caso de las valoraciones de peróxido de hidrógeno con permanganato de potasio, la valoración se lleva a cabo directamente, dado la diferencial de potencial que existe entre ambos (el peróxido de hidrógeno tiene un potencial de 0.695V y el permanganato de potasio un potencial de 1.507v).

Los reactivos analíticos en general son contaminantes en el medio, y si son oxidantes, como es el caso del permanganato de potasio, lo son aún más, ante



esta situación se propone llevar a cabo la valoración a nivel de ultramicroescala (volúmenes por valorar de 0.1 mL valorados con hasta 0.1 mL del valorante) de tal manera que el volumen de residuos por valoración efectuada es de 0.2 mL aproximadamente, minimizándose de esta manera la generación de residuos sin pérdida de información para poder realizar el análisis correspondiente.

El presente trabajo presenta los resultados obtenidos y el análisis de los mismos al comparar el método convencional descrito por la normatividad vigente (Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 11 ed.) con la propuesta de una metodología alternativa para emplear volúmenes de alícuota y valorante menores a 0.2mL respectivamente.

Objetivo General

Cuantificar peróxido de hidrógeno con permanganato de potasio mediante una ultramicrovaloración con seguimiento potenciométrico, comparando estadísticamente los resultados obtenidos mediante valoraciones convencionales y el método propuesto, para determinar si existen diferencias significativas entre los métodos.

Objetivos Particulares

- I. Realizar las ultramicrovaloraciones de peróxido de hidrogeno con permanganato de potasio para disminuir la generación de residuos.
- II. De acuerdo a los resultados obtenidos proponer la sustitución en docencia de las valoraciones convencionales por las ultramicrovaloraciones para disminuir la generación de residuos a mayor escala.

Hipótesis de trabajo

Para la comparación entre los métodos mencionados anteriormente se postulan las hipótesis estadísticas pertinentes, ya que se desea saber si existen diferencias significativas entre ambos métodos.

- I. No existen diferencias significativas entre el método convencional establecido por la FEUM; será considerada como hipótesis nula (H_0).
- II. Si existen diferencias significativas entre los resultados de ambos métodos; será considerada como la hipótesis alterna (H_a).



MARCO TEORICO

1. Valoraciones

Los métodos de valoración comprenden un grupo grande de procedimientos cuantitativos que se basan en la medición de la cantidad de un reactivo de concentración conocida que se consume por el analito.

Los principales requisitos de una reacción para que sirva de base a una valoración son, que tenga una constante de equilibrio grande y que transcurra rápidamente. Es decir, cada nuevo incremento de valorante debe consumirse completa y rápidamente por el analito hasta su total agotamiento. (Islas, 2014)

1.1 Clasificación de los métodos volumétricos

Hay cuatro clases generales de métodos volumétricos.

1. Ácido-base. Se pueden valorar con una solución estándar de una base fuerte o un ácido fuerte. Los puntos finales de estas valoraciones son fáciles de detectar, ya sea por medio de un indicador o mediante seguimiento del cambio de pH con un medidor de pH.
2. Precipitación. El valorante forma un producto insoluble con el analito. De nuevo, se pueden usar indicadores para detectar el punto final, o se puede monitorear eléctricamente el potencial de la solución.
3. Complejométrico. El valorante es un reactivo que forma un complejo soluble en agua con el analito, un ion metálico. El valorante a menudo es un agente quelante. Se pueden usar indicadores para formar un complejo altamente colorido con el ion metálico.
4. Reducción-oxidación. Estas valoraciones "redox" consisten en la valoración de un agente oxidante con un agente reductor, o viceversa. Un agente oxidante gana electrones, y un agente reductor cede electrones en la reacción entre ambos. Debe haber una diferencia suficientemente grande entre las capacidades oxidantes y reductoras de estos agentes para que la reacción llegue a su culminación y dé un punto final nítido; es decir, uno debe ser un agente oxidante bastante fuerte (tendencia elevada a ganar electrones), y el otro un agente reductor bastante fuerte (tendencia elevada a perder electrones). Se pueden usar indicadores adecuados para estas valoraciones, o se pueden emplear diversos medios electrométricos para detectar el punto final. (Christian, 2009)



El punto de equivalencia es el resultado ideal que se busca en una valoración. Lo que en realidad se mide es el punto final, que lo indica un brusco cambio de una propiedad física de la disolución. Entre los métodos para determinar cuándo ha sido consumido el analito se pueden citar: (a) detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos; (b) observar un cambio de color del indicador y (c) seguimiento de la absorción de la luz.

Como se mencionó con anterioridad, el trabajo presentado se basa en la realización de ultramicrovaloraciones potenciométricas (oxido-reducción) en la cuantificación del peróxido de hidrogeno en un muestra comercial de grado farmacéutico.

1.1.1 Valoraciones potenciométricas de óxido-reducción.

Una valoración redox está basada en una reacción de oxidación-reducción entre el analito y el valorante como se mencionó con anterioridad. Además de los muchos análisis comunes en Química, Biología y en Ciencias ambientales y de materiales que se pueden determinar por valoraciones potenciométricas redox, también se pueden determinar estados de oxidación poco comunes de elementos en materiales no comunes, como los superconductores y materiales láser. Por ejemplo, el cromo añadido a cristales láser para aumentar su eficiencia se encuentra de ordinario en estados de oxidación +3 y +6, pero también en el estado no usual +4. (Harris, 2012)

Los métodos potenciométricos se basan en la medida del potencial eléctrico (respecto a una referencia) de un electrodo sumergido en la disolución problema, a partir de la cual es posible establecer la concentración de la misma directa o indirectamente. Es la medición de la diferencia de potencial de una celda electroquímica.

En la Tabla 1 se mencionan los usos, aplicaciones y limitaciones generales de la potenciometría.

Tabla 1. Aspectos de la Potenciometría. (Brunatti, 2015)

Usos de la Potenciometría	Aplicaciones comunes	Limitaciones generales
a) Determinación cuantitativa selectiva de muchos iones inorgánicos y orgánicos en solución	i. Análisis de iones de procesos industriales batch o continuos	a. Hay muchos iones para los cuales no existe un electrodo selectivo
b) Determinación de iones en un estado de oxidación específico dentro de una	ii. Determinación de monitoreo continuo de la calidad de aire y gases contaminantes	b. La mayoría de los electrodos requiere calibración frecuente para usar en análisis
	iii. Determinación de electrolitos en fluidos fisiológicos para análisis	c. cuantitativo preciso



muestra	clínicos	d. Se requiere a menudo una muestra regulada para evitar la interferencia OH ⁻ / H ⁺
c) Determinación de constantes de estabilidad de complejos	iv. Desarrollo de biosensores basados en enzimas inmovilizadas y electrodos	e. Se deben tener en cuenta los efectos de la matriz (esto es, diferencias en fuerzas iónicas, f. electrolitos presentes en la muestra y su influencia sobre el potencial de unión y la g. presencia de especies que pueden arruinar la superficie activa del electrodo
d) Determinación de velocidades y mecanismos de reacción	v. Determinación de iones constituyentes en muestras de agricultura, medio ambiente y vi. Farmacia	
e) Determinación cuantitativa de gases ácidos y básicos	vii. Determinación de pH	
f) Determinación cuantitativa de productos de reacción enzimáticos	viii. Determinación del punto final en valoraciones de ácidos, bases y redox	

Una especie electroactiva es una especie que puede ceder o aceptar electrones en un electrodo, dentro del intervalo electroactivo. Se puede convertir una disolución problema en una semicelda introduciendo en el seno un electrodo, como un hilo de platino para transferir electrones a/o desde un analito. Este es el electrodo indicador debido a que responde al analito. Se requiere de otro electrodo, el cual es el electrodo de referencia ya que su potencial es constante debido a su composición fija. El voltaje de la celda es la diferencia entre el potencial variable de la semicelda del analito y el potencial constante del electrodo de referencia. (Islas, 2014)

1.2 Celdas voltaicas

Para llevar a cabo mediciones de potencial, se debe establecer una celda completa que se componga de dos semiceldas, como las que se describen a continuación.

Una semicelda por lo regular consta de la solución de prueba y un electrodo cuyo potencial está determinado por el analito que se desea medir, este electrodo es el electrodo indicador. La otra semicelda es aquella cuyo potencial no depende del analito, este electrodo de semicelda se denomina electrodo de referencia; su potencial es constante, y el voltaje de celda medido refleja el potencial del electrodo indicador en relación con el del electrodo de referencia.

Como el potencial del electrodo de referencia es constante, cualquier cambio en el potencial del electrodo indicador se reflejará como un cambio igual en el voltaje de la celda.



En el caso del trabajo presentado la reacción tiene lugar en el electrodo indicador de platino, un metal inerte que está en contacto con la solución que contiene las formas solubles oxidadas y reducidas de la semirreacción redox.

Hay dos maneras básicas de configurar una celda, ya sea con puente salino o sin éste. La empleada en la experimentación de este trabajo se llama celda sin unión líquida. La celda de este tipo se representaría:



La línea sólida representa una interfase electrodo-solución. En la celda voltaica, y por convención la celda se escribe para la reacción espontánea de celda (E_{celda} positivo). (Christian, 2009)

El potencial de un electrodo inerte así se determina por la relación en la superficie del electrodo de las especies reducidas y oxidadas en la reacción:

$$M^{a+} + ne^- \rightleftharpoons M^{(a-n)+}$$
$$E = E_{M^{a+}, M^{(a-n)+}}^0 + \frac{2.303RT}{nF} \log \frac{a_{M^{a+}}}{a_{M^{(a-n)+}}}$$

Un ejemplo es la medición de la reacción MnO_4^-/Mn^{2+} :

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \rightleftharpoons Mn^{2+} + 4H_2O$$
$$E = E_{MnO_4^-, Mn^{2+}}^0 + \frac{2.303RT}{5F} \log \frac{a_{MnO_4^-} \cdot (a_{H^+})^8}{a_{Mn^{2+}}}$$

Al mantener el pH constante en la reacción, entonces se mide la relación en términos de $a_{Mn^{2+}}/a_{MnO_4^-}$ como valoración redox.

El electrodo de referencia comúnmente empleado es el de plata-cloruro de plata ($Ag^+ | AgCl(\text{s}) | Cl^-$). La forma general de este tipo de electrodo es $M | MX | X^{n-}$, donde MX es una sal ligeramente soluble.

La semirreacción es: $AgCl + e^- \rightleftharpoons Ag + Cl^-$ y el potencial está dado por:

$$E = E_{AgCl, Ag}^0 + \frac{2.303RT}{F} \log a_{Cl^-}$$



Entonces, al mantener la concentración del ion cloruro constante la actividad del mismo no se modifica y puede emplearse como electrodo de referencia.

En las valoraciones potenciométricas se obtienen resultados con los que se puede mostrar gráficamente el comportamiento de las especies involucradas en la reacción, por ello es importante mencionar cuales son las características de éstas curvas de valoración potenciométricas redox.

1.3 Forma de las curvas de valoración redox

Como se mencionó, el curso de las reacciones de valoración pueden seguirse si se introduce un par de electrodos en la mezcla de la reacción.

La curva de valoración tiene 3 regiones.

Región 1. Antes del punto de equivalencia.

Donde sigue habiendo en solución un exceso de analito que no ha reaccionado.

Región 2. En el punto de equivalencia.

En este punto se ha añadido exactamente la cantidad estequiométrica de valorante suficiente para reaccionar con todo el analito. Y podemos decir que la cantidad total de analito está reaccionando con el valorante, así como sus respectivas especies reducidas u oxidadas.

En todo momento las semirreacciones del analito y valorante se encuentran ambas en equilibrio en el electrodo de Pt. En el punto de equivalencia hay un aumento rápido de voltaje.

Región 3. Después del punto de equivalencia.

A partir del punto de equivalencia, prácticamente todo el analito han reaccionado con el valorante y por consiguiente su estado de oxidación se ha modificado. El número de moles del valorante es mayor, con lo cual existe una cantidad que no reacciona con el analito.

Los cambios bruscos de potencial entre una región y otra producen la forma sigmoidea de las curvas de valoración y mientras más espontánea sea la reacción, la forma sigmoidea es más cerrada y los cambios de potencial serán mayores.



Por ejemplo, la curva de valoración correspondiente a la reacción 1, tal como se observa en la figura 1, es simétrica respecto al punto de equivalencia, porque la estequiometría de la reacción es 1:1.

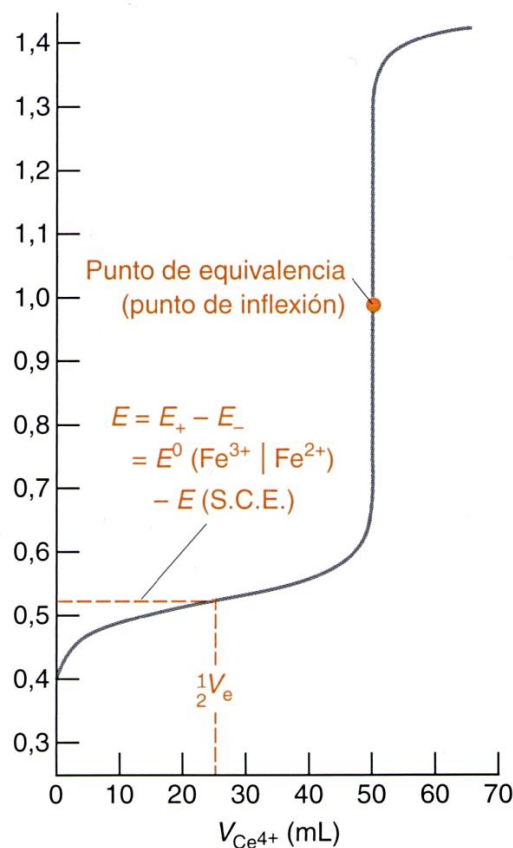
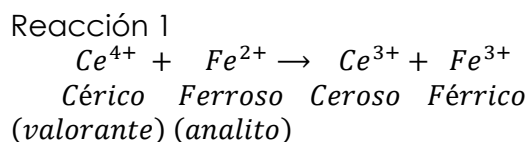
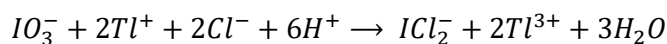


Figura 1. Curva teórica de valoración de 100 mL de Fe^{2+} 0.050 M con Ce^{4+} 0.100 M en $HClO_4$ 1 M. (Harris, 2012)

Por otro lado en la figura 2 se muestra la curva calculada para la valoración de Tl^+ con IO_3^- en HCl 1.00M.



Ésta última curva no es simétrica en torno al punto de equivalencia, porque la estequiometría de los reactivos es 2:1, y no 1:1 (como en la reacción 1). Aun así, la curva presenta un cambio brusco en las proximidades del punto de equivalencia donde se comete un error despreciable.

La variación de voltaje cerca del punto de equivalencia aumenta a medida que la diferencia de los E^0 de los pares redox que intervienen en la valoración



aumenta. Cuando mayor es la diferencia de los E° , mayor es la constante de equilibrio de la reacción de valoración.

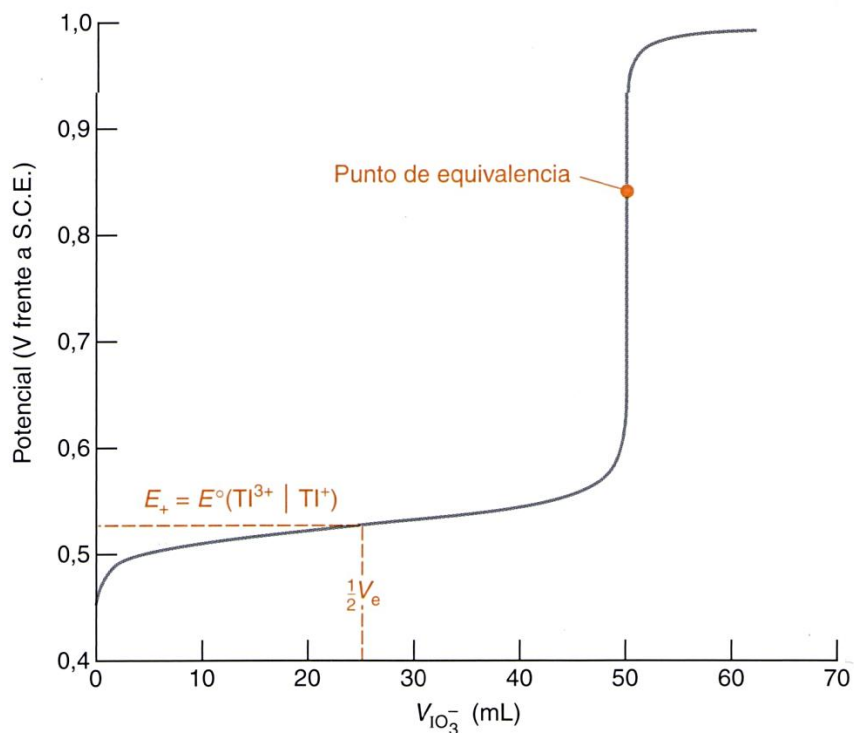


Figura 2. Curva teórica de valoración de 100 mL de Ti^+ 0.010 M con IO_3^- 0.010 M en HCl 1 M. El punto de equivalencia a 0.842 V no es el centro del salto de la curva. Cuando la estequiometría de la reacción no es 1:1 la curva no es simétrica. (Harris, 2012)

Existen distintas formas para determinar el volumen de punto de equivalencia en una reacción, por ejemplo, la regla de las diagonales, donde por medio de trazos gráficos sobre la curva de valoración se puede determinar el volumen de punto de equivalencia tomando en cuenta la estequiometría de la reacción; y existen otros métodos, dentro de los cuales se encuentran los gráficos de Gran que ayudan a determinar el punto de equivalencia empleando únicamente los datos para formar la curva de valoración y cálculos matemáticos, a continuación se describirán con más detalle los gráficos de Gran.

1.3.1 Gráficos de Gran

Los gráficos de Gran son los gráficos obtenidos tras el cálculo de la primera y/o segunda derivada de la curva de valoración, y ayudan a determinar el punto de equivalencia en las valoraciones; éstos gráficos son aplicables a cualquier curva de valoración, es decir, para valoraciones ácido-base, óxido-reducción,



complejométricas, etc. Si calculamos la primera derivada de una gráfica de valoración, el punto final coincide con el máximo de la primera derivada, $\Delta E/\Delta V$, y con la ordenada en el origen de la segunda derivada, $\Delta(\Delta E/\Delta V)/\Delta V$.

Una forma más exacta para utilizar los datos del gráfico o curva de valoración es preparando un gráfico de Gran. El gráfico de Gran utiliza datos bastante anteriores al volumen de punto de equivalencia, V_e , para determinar V_e . Los datos potenciométricos (para una valoración redox) tomados cerca de V_e son los más inexactos porque los electrodos se equilibran lentamente con las especies en disolución cuando casi no existe alguno de los miembros de un par redox.

Como punto final se toma el punto de máxima pendiente (dE/dV) de la curva de valoración. Los datos de voltaje (mV) y volumen del valorante (V) experimentales, para calcular la primera derivada, se promedia cada par de volúmenes, y se calcula el valor $\Delta E/\Delta V$, donde ΔE es el cambio de potencial (voltaje) entre dos lecturas consecutivas, y ΔV es el cambio de volumen entre dos adiciones consecutivas (Harris, 2012); en la siguiente figura se muestra la obtención de la primera derivada en una valoración de 100 μL de peróxido de hidrógeno con permanganato de potasio 0.0194 N en ácido sulfúrico concentrado.

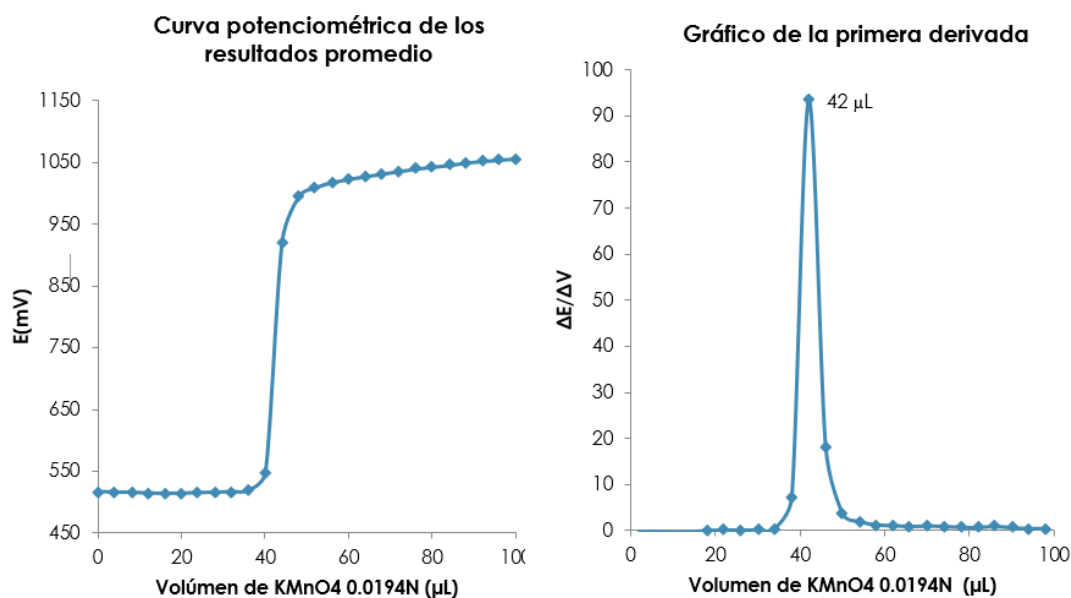


Figura 3. Curva de valoración promedio de 100 μL de peróxido de hidrógeno con permanganato de potasio, resultados experimentales y gráficos de la primera derivada. Se observa que el máximo de la primera derivada coincide con el punto de mayor pendiente en la curva potenciométrica.



2. Micropipetas

Las micropipetas son dispositivos diseñados para verter volúmenes muy pequeños (Figura 4), vierten volúmenes desde 1 a 1000 μL ($1\mu\text{L} = 10^{-6}\text{L}$), o incluso volúmenes de 0.5 μL . El líquido se aloja en una punta de plástico desechable con puntas de polipropileno estables a la mayoría de las disoluciones acuosas y de muchos disolventes orgánicos, excepto el cloroformo (CHCl_3).

Para usar una micropipeta, primero hay que acoplar una nueva punta a la caña de la pipeta. El volumen deseado se ajusta con el botón que se encuentra en el extremo de la pipeta.

Para verter el líquido, se toca con la punta de la micropipeta la pared del frasco donde se va verter y se aprieta suavemente el émbolo hasta que el líquido se vierta.

Las puntas se pueden tirar, o lavar bien con un frasco lavador y volverse a usar.

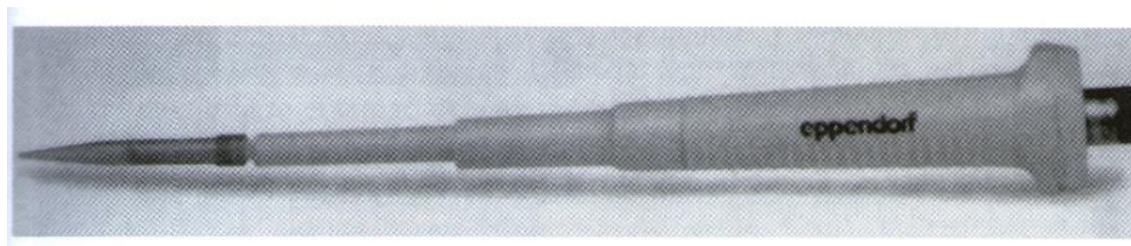


Figura 4. Pipeta para microlitros con punta de plástico desechable e intercambiable, que puede verter volúmenes prefijados entre 1 μL y 5 mL.
(Harris, 2012)

El volumen de líquido tomado en una punta depende del ángulo con el que se sujete la pipeta y la profundidad a la que se sumerja al tomar el líquido. Cada persona consigue una precisión y exactitud algo diferentes al utilizar una misma micropipeta, es por eso que se prefiere tener una capacitación para poder eliminar cualquier error posible.

La tabla 2 (ver anexo 1) recoge las tolerancias de micropipetas dadas por un fabricante. A medida que se desgastan las partes interiores, la exactitud puede disminuir en un orden de magnitud (Harris, 2012).



3. Buretas

La bureta de la figura 5a es un tubo de vidrio fabricado con precisión que tiene una graduación que permite medir el volumen de líquido vertido a través de una llave (válvula) en su extremo inferior. Los números inscritos en la bureta aumentan de arriba abajo (con la marca de 0 mL cerca del extremo superior). Si el nivel inicial del líquido es 0.83 mL y el nivel final es 27.16 mL, entonces se han vertido $27.13 - 0.83 = 26.33$ mL.

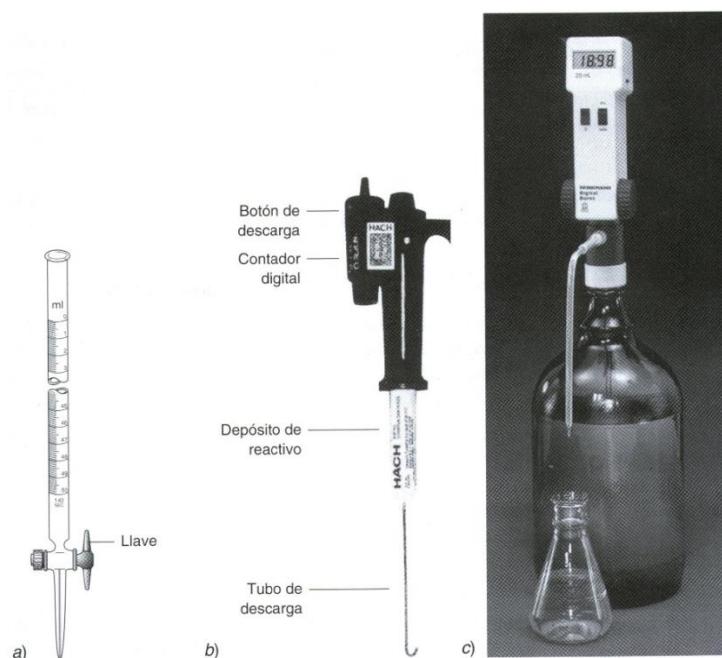


Figura 5. a) Bureta de vidrio. b) Un valorador digital, con depósito de plástico que contiene la disolución de reactivo. c) Bureta electrónica y con lectura digital, que vierte incrementos de 0.01 mL de una botella de reactivo. (Harris, 2012)

Las buretas de clase A (la calidad más exacta) garantizan que cumplen las tolerancias de la tabla 3 (ver anexo 1). Por ejemplo, si la lectura en una bureta de 50 mL es de 27.26 mL, el volumen real puede ser cualquiera entre los valores de 27.21 y 27.31 mL y seguir estando dentro de la tolerancia de ± 0.05 mL certificada por el fabricante.

Cuando se lee el nivel de un líquido en una bureta, el ojo del experimentador debe estar a la misma altura que la superficie libre del líquido. Si el ojo está demasiado alto, el líquido parece estar más alto de los que realmente está. Si el ojo está demasiado bajo, el líquido también aparece demasiado bajo. El error que se comete cuando el ojo no está a la misma altura que el líquido se llama error de paralaje.



4. Tipos de error en la experimentación

Toda medida tiene alguna incertidumbre, que se llama error experimental. Los resultados se pueden expresar con un mayor o menor grado de confianza, pero nunca con entera certeza. De acuerdo con Miller (2002) se dice que:

“No existen resultados cuantitativos de interés si no van acompañados de alguna estimación de los errores inherentes a los mismos”.

Por lo tanto según Miller (2002), los errores experimentales se clasifican en groseros o accidentales, *sistemáticos* y *aleatorios*.

Los errores groseros se reconocen rápidamente; se pueden definir como errores que son tan importantes que no existe otra alternativa real que abandonar el experimento y empezar de nuevo por completo, por ejemplo realizar una curva de calibración en un espectrofotómetro no calibrado.

Errores aleatorios: éstos provocan que los resultados individuales difieran uno de otro de manera que caigan a ambos lados del valor medio. Los errores aleatorios afectan a la precisión y a la reproducibilidad, de un experimento.

Los errores sistemáticos provocan que todos los resultados sean erróneos hacia el mismo sentido; El error sistemático total (nótese que en un experimento dado pueden existir varias fuentes de error sistemático, algunos positivos y otros negativos) es denominado el sesgo de la medida.

En muchos experimentos los errores aleatorios y sistemáticos no se detectan con solo observar los resultados, sino que también orígenes muy distintos en cuanto a la técnica experimental y al equipo utilizado. Los errores aleatorios y sistemáticos pueden suceder independientemente unos de otros.

En muchos experimentos analíticos la pregunta más importante es ¿Hasta qué punto se aproxima el resultado verdadero al valor de la concentración o cantidad que se pretende medir? Esto se expresa como la exactitud del experimento.

La Organización Internacional de Estándares (ISO) define la exactitud como «El grado de concordancia entre los resultados de un ensayo y el valor de referencia aceptado» del analito.

“En resumen, la precisión describe errores aleatorios, el sesgo describe errores sistemáticos, y la exactitud, es decir, la proximidad del verdadero valor de una medida individual o un valor promedio, incorpora ambos tipos de error” (Miller, 2002).



4.1 Procedimiento para evitar errores en el análisis volumétrico.

Ya que la volumetría es un procedimiento relativamente simple y todavía ampliamente utilizado, es importante examinarlo con detalle en este contexto. Se puede considerar que un análisis volumétrico es completo cuando incluye los siguientes pasos.

- 1) Preparación de una solución patrón de uno de los reactivos.
- 2) Transferir una alícuota del material estándar a un matraz de una valoración con ayuda de una pipeta. Esto supone (a) llenar la pipeta hasta el enrace adecuado, y (b) vaciar el contenido de manera específica en el matraz de valoración.
- 3) Valoración del líquido contenido en el matraz con una solución del otro reactivo añadido desde una bureta. Esto implica:
 - a. Llenar la bureta y permitir que el líquido contenido en ella se vacíe hasta que el menisco alcance un nivel constante,
 - b. Añadir unas pocas gotas de solución de indicador al matraz de valoración (en caso de seguir la valoración mediante un cambio de color) o introducir la celda del potenciómetro (en caso de seguir la valoración mediante un cambio de potencial),
 - c. Leer el volumen inicial de la bureta,
 - d. Añadir poco a poco el líquido de la bureta al matraz de valoración hasta que se juzgue que se ha alcanzado el punto final, y
 - e. Medir el nivel final del líquido contenido en la bureta.

Entre las contribuciones para detectar errores, son de importancia la tolerancia de las pesas utilizadas en los pasos gravimétricos, y el material de vidrio volumétrico. Algunas instituciones tales como la British Standards Institution (BSI) y la American Society for Testing and Materials (ASTM) han publicado especificaciones estándar para las tolerancias.

En la práctica, un buen análisis volumétrico debería tener una desviación estándar relativa de no más del 0.1%. Hasta hace poco, tal precisión se lograba en contadas ocasiones en métodos de análisis instrumental, y aún no es habitual. Los métodos clásicos pueden proporcionar resultados con desviaciones estándar relativa, tan bajos como del 0.01%, cuando se realizan por expertos y se toman todas las precauciones posibles. (Miller, 2002)

Para métodos innovadores como el que se presenta en este trabajo la desviación estándar que se pretende obtener es a la de un análisis volumétrico o incluso llegar a ser como un método clásico.



4.2 Intervalos de confianza como estimaciones de la incertidumbre experimental

Las estimaciones más usuales de incertidumbre son las desviaciones estándar y los intervalos de confianza.

El cálculo de la desviación estándar para un conjunto de datos proporciona una indicación de la precisión inherente a un procedimiento o análisis específico. Pero a menos que haya un gran número de datos, no da por sí mismo información acerca de que tan próxima podría estar la media experimentalmente determinada \bar{X} al valor medio verdadero μ .

Sin embargo, la teoría estadística permite estimar el intervalo dentro del cual podría caer el valor verdadero dentro de una probabilidad dada, definida por la media experimental y la desviación estándar. Este intervalo se llama intervalo de confianza y sus límites se conocen como límites de confianza. La probabilidad de que el valor verdadero caiga dentro del intervalo se llama probabilidad o nivel de confianza, y en general se expresa como porcentaje. El nivel de confianza está dado por:

$$\text{Nivel de confianza} = \bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

donde t es un factor estadístico que depende del número de grados de libertad y el nivel de confianza que se desea. El número de grados de libertad es uno menos que el número de mediciones.

Los valores de t a diferentes niveles de confianza y grados de libertad se dan en tablas estadísticas. Obsérvese que el nivel de confianza es simplemente el producto de t y la desviación estándar de la media (s/\sqrt{N}). (Christian, 2009)

5. Pruebas de significancia.

La estadística proporciona los métodos (Pruebas de significancia) para determinar si la asociación o diferencia observada entre los grupos, es o no estadísticamente significativa.

Estadísticamente significativa quiere decir "es poco probable o improbable que la diferencia observada entre los grupos pueda ser explicada por efectos del azar". Por consiguiente, existe asociación estadística entre exposición y efecto.



Si se demuestra que el estudio tiene validez interna (control de sesgos) y precisión, es posible concluir que la asociación observada es real, o que los hallazgos obtenidos con el estudio son verdaderos.

Al desarrollar un nuevo método analítico, a menudo es deseable comparar los resultados de ese método con los de un método aceptado (quizá de norma). Sin embargo, ¿cómo se puede decir si hay una diferencia significativa entre el método nuevo y el aceptado? De nuevo se recurre a la estadística para encontrar la respuesta.

Decidir si un conjunto de resultados es significativamente diferente de otro depende no sólo de la diferencia en las medias, sino también de la cantidad de datos disponibles y de la dispersión. No hay tablas estadísticas que muestren qué tan grande debe ser una diferencia para que se considere que no ha ocurrido por casualidad. La prueba de distribución de Fisher (prueba F) evalúa las diferencias entre la dispersión de los resultados, en tanto que la prueba t de Student (prueba t) atiende a las diferencias entre las medias. (Christian, 2009)

5.1 Comparación de medias utilizando la t de Student.

El test t o prueba t se utiliza para comparar dos conjuntos de medidas y decidir si son o no diferentes. Los estadísticos dicen que se trata de comprobar la hipótesis nula, que afirma que los valores medios de dos series de medidas no son diferentes. Dado que los errores aleatorios son inevitables, no se puede esperar nunca que dos valores sean idénticos, aun cuando midan la misma magnitud física. La Estadística predice una probabilidad de que la diferencia entre las dos medias pueda deberse a errores puramente aleatorios. Se suele rechazar la hipótesis nula si hay menos de un 5% de probabilidad de que la diferencia se deba a errores aleatorios. Supuesto este criterio, se tiene una probabilidad del 95% de que la conclusión sea correcta. Una de cada veinte veces que se concluya que las medias no son diferentes, la conclusión será errónea.

Existen 3 casos que se tratan de una manera algo diferente.

Caso 1. Se mide una cantidad varias veces y se obtiene un valor medio y una desviación estándar. Se necesita comparar el resultado con un resultado conocido y aceptado. La media no concuerda exactamente con el resultado aceptado. ¿Coincide o no el resultado medido con el resultado conocido «dentro del error experimental»?

Caso 2. Se mide una cantidad varias veces con dos métodos diferentes, que dan dos resultados distintos, cada uno con su desviación estándar. ¿Concuerdan entre sí los dos resultados «dentro del error experimental»?



Caso 3. Se mide una vez la muestra 1 con el método A y otra vez con el método B, y no dan el mismo resultado. Asimismo, otra muestra, designada como 2, se mide una vez por el método A y una vez más con el método B, y de nuevo los resultados no concuerdan. El procedimiento se repite con n muestras diferentes. ¿Concuerdan los dos métodos «dentro del error experimental» o son significativamente diferentes? (Harris, 2012)

Cuando se aplica la prueba t a dos conjuntos de datos, en la ecuación:

$$\pm t = (\bar{X} - \mu) \frac{\sqrt{N}}{s} \text{ derivada de la ecuación } \mu = \bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

Se reemplaza μ por la media del segundo conjunto. El valor recíproco de la desviación estándar de la media (\sqrt{N}/S) se reemplaza por la de las diferencias entre las dos, la cual es (y esto puede demostrarse fácilmente):

$$\sqrt{\frac{N_1 N_2}{N_1 + N_2}} / S_p$$

Donde S_p es la desviación estándar combinada de las mediciones individuales de dos conjuntos:

$$\pm t = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{S_p} \sqrt{\frac{N_1 N_2}{N_1 + N_2}}$$

La desviación estándar combinada que se describe en seguida se usa algunas veces para obtener una estimación mejorada de la precisión de un método, y se usa para calcular la precisión de los dos conjuntos de datos en una prueba t pareada. Es decir, más que confiar en un solo conjunto de datos para describir la precisión de un método, en ocasiones es preferible realizar varios conjuntos de análisis, por ejemplo en días diferentes o con distintas muestras, con composiciones ligeramente variadas.

Si el error indeterminado (aleatorio) se supone igual para cada conjunto, entonces los datos de los conjuntos diferentes se pueden combinar. Esto da una estimación más confiable de la precisión de un método que la que se obtiene de un solo conjunto. La desviación estándar combinada S_p está dada por:

$$S_p = \sqrt{\frac{\sum(X_{i1} - \bar{X}_1)^2 + \sum(X_{i2} - \bar{X}_2)^2 + \dots + \sum(X_{ik} - \bar{X}_{ik})^2}{N - k}}$$

Donde \bar{X}_1 y $\bar{X}_2, \dots, \bar{X}_k$ son las medias de cada k conjuntos de análisis, y $X_{i1}, X_{i2}, \dots, X_{ik}$ son los valores individuales en cada conjunto. N es el número total de mediciones y es igual a $(N_1 + N_2 + \dots + N_k)$. (El número de muestras en cada



conjunto no necesita ser igual.) $N - k$ corresponde a los grados de libertad obtenidos a partir de $(N_1 - 1) + (N_2 - 1) + \dots + (N_k - 1)$, para cada subconjunto se pierde un grado de libertad. Esta ecuación representa una combinación de las ecuaciones para desviaciones estándar de cada conjunto de datos.

Al aplicar la prueba t de Student entre dos métodos se supone que ambos métodos tienen esencialmente la misma desviación estándar; es decir, cada uno representa la precisión de la población (la misma σ). Esto se puede verificar utilizando la prueba F .

Para el caso donde las desviaciones estándar entre ambos métodos no sean iguales y por lo tanto no se puedan combinar, se deben utilizar las ecuaciones siguientes (Harris, 2012).

$$t_{calculada} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}}$$
$$\text{Grados de libertad} = \left\{ \frac{(S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2)^2}{\frac{(S_1^2/n_1)^2}{n_1+1} + \frac{(S_2^2/n_2)^2}{n_2+1}} \right\} - 2$$

5.2 Prueba de distribución de Fisher (prueba F)

Ésta es una prueba diseñada para indicar si hay una diferencia significativa entre dos métodos con base en sus desviaciones estándar. F se define en términos de las varianzas de los dos métodos, donde la varianza es el cuadrado de la desviación estándar:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

Donde $S_1^2 > S_2^2$. Hay dos grados de libertad diferentes gl_1 y gl_2 , y se definen como $N-1$ para cada caso.

Si el valor de F calculado por la ecuación anterior excede un valor tabulado de F en el nivel de confianza seleccionado, entonces hay una diferencia significativa entre las varianzas de los dos métodos. En la tabla 4 (ver anexo 1) se da una lista de valores F a 95% del nivel de confianza. (Christian, 2009)



6. Valoraciones a microescala

Los profesionales en el área de las ciencias Químicas que deseen disminuir costos, reduciendo el consumo de reactivos y la generación de residuos, pueden preferir trabajar en «microescala ó ultramicroescala».

En el trabajo realizado por Baeza (2003), "*Microbureta a microescala total para volumetría*", desarrolló con materiales de bajo costo y de gran utilidad en volumetría ácido-base con indicador visual microburetas con pipetas de 5 y 2 mL. Obteniendo que la precisión en la determinación del volumen de viraje de punto final en una valoración ácido-base con microbureta si bien no alcanza la precisión de las buretas grandes (25 o 50 mL), las desviaciones estándar relativas obtenidas son comparables y aceptables para la enseñanza experimental de la volumetría (desviación estándar de 0.0580 y un coeficiente de variación de 1.03%).

Actualmente se han desarrollado diversos trabajos donde demuestran que el empleo de cantidades inferiores a 1 mL, no comprometen a la veracidad y confiabilidad de los resultados experimentales. Dentro de los trabajos que se han desarrollado en los laboratorios de Química analítica en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán de la UNAM, abordan desde la validación de métodos potenciométricos a microescala (Islas, 2014) así como valoraciones ácido-base, complejométricas y redox a ultramicroescala (Pohlenz, 2010); también existen trabajos enfocados al cuidado del medio ambiente mediante la disminución de reactivos en el laboratorio, utilizando métodos y técnicas alternativas, y que además son de índole internacional (Ibáñez, 2005) y (Montagut, 2015).

Algunos trabajos de microescala en Química comienzan con el "escalamiento" de métodos establecidos para propiciar la disminución de gasto de reactivos y soluciones.

En el presente trabajo se compara la técnica propuesta con un escalamiento de la técnica descrita por la FEUM (Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos), ya que el procedimiento descrito en la misma indica el empleo de alícuotas de 40 mL lo que se refleja como un gasto de volúmenes de reactivos mayúsculo. El escalamiento de la técnica se describirá con más detalle en el apartado de procedimiento experimental.



7. Peróxido de hidrógeno.

El trabajo que se presenta, prueba trabajar con el peróxido de hidrógeno en los grados farmacéuticos permisibles, por lo tanto a continuación se hace una descripción amplia de las características del mismo.

Grupo químico: Oxidante.

Sinónimos: agua oxigenada, dióxido de hidrógeno, hidroperóxido.

Fórmula química: H_2O_2

Propiedades físico-químicas: Líquido incoloro bastante estable. Se comercializa como soluciones acuosas a concentraciones entre el 3 y el 90%. El contenido en H_2O_2 de dichas soluciones puede expresarse en porcentaje o en volúmenes. La expresión en volumen se refiere al contenido en oxígeno y se define como el número de veces que un determinado volumen de H_2O_2 lo contiene. Soluble en agua y en éter; insoluble en éter de petróleo.

7.1 Mecanismo de acción

Su acción bactericida se debe a dos motivos:

- 1) Producción de iones hidroxilo y radicales libres, que actúan oxidando componentes esenciales del microorganismo (lípidos, proteínas y DNA).
- 2) Liberación de O_2 por las catalasas tisulares, que actúa impidiendo la germinación de esporas de anaerobios como *Clostridium tetani*.

Además, el O_2 liberado en su descomposición en forma de burbujas favorece la eliminación de detritus celulares, bacterias y tejidos desvitalizados.

En el interior de la bacteria, por acción de la mieloperoxidasa sobre los cloruros y sobre el peróxido de hidrógeno, se forma hipoclorito (presenta poder oxidante y germicida).

El efecto del peróxido de hidrógeno en solución es bastante corto, por lo que no se aconseja el empleo único de agua oxigenada como antiséptico.



Aplicaciones como antiséptico

1. Antiséptico en el lavado de úlceras y heridas: ayuda a la eliminación de detritus tisulares en regiones inaccesibles. Se utiliza H_2O_2 de 10 volúmenes (3%) y cremas del 1%-1.5%.
2. Enjuagues bucales en amigdalitis, estomatitis aguda, halitosis, extracciones dentales e infecciones de la boca. Diluir 1 parte del peróxido de hidrogeno comercial de 10 V con una parte de agua para obtener una concentración del 1.5%.
3. Aunque el peróxido de hidrógeno por sí solo no es eficaz sobre la piel intacta, se emplea combinado con otros antisépticos para desinfectar manos, piel y mucosas. Las soluciones concentradas de H_2O_2 (27% y 30%) se utilizan para preparar soluciones más diluidas y no deben aplicarse sin diluir sobre los tejidos.

7.2 Estabilidad y condiciones de uso

Se degrada espontáneamente en reposo y por eso necesita incorporar agentes estabilizantes. La descomposición gradual aumenta por acción de la luz, de la agitación y del calor. Debe conservarse en envases aislados de la luz y del aire entre 15-30°C. Si no contiene agentes estabilizantes debe guardarse a temperatura inferior a 15°C. Las soluciones más concentradas son más estables que las diluidas. Las incompatibilidades también pueden provocar la descomposición. Se degrada rápidamente por la acción de álcalis y de metales finamente divididos.

7.3 Grados de uso del peróxido de hidrógeno

8. 3.5% Grado farmacéutico: Este es el grado que venden en farmacia o supermercado. Este producto no es recomendable para uso interno. Contiene una gran variedad de estabilizadores que no debería ser ingeridos. Dos diversos estabilizadores incluyen: acetanilida, fenol, estanato de sodio y fosfato sódico.
9. 6% grado esteticista: Esto se utiliza e tiendas de belleza para colorear el cabello y no se recomienda para uso interno.
10. 30% grado reactivo: Esto es usado para diversos experimentos científicos y también contiene estabilizadores. Tampoco es recomendable para uso interno
11. 30% a 32% Grado electrónico: Esto es usado para limpiar partes electrónicas y no para uso interno.



12. 35% Grado Técnico. Este es un producto más concentrado que el grado reactivo y difiere levemente en que se le añade fósforo para ayudar a neutralizar cualquier color del agua utilizada para diluirlo.
13. 35% Grado Alimenticio: Se utiliza en la producción de alimentos como el queso, los huevos y los productos que contienen suero. También se rocía en el revestimiento de aluminio de envases asépticos que contienen zumos de frutas y productos lácteos. Este es el único grado recomendado para uso interno.
14. 90%: Esto es utilizado como una fuente de oxígeno para combustible de cohetes.

En México la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM) se encarga de regular las características mínimas necesarias que se permiten el uso de peróxido de hidrógeno en la industria farmacéutica. Existen dos presentaciones que la farmacopea permite utilizar:

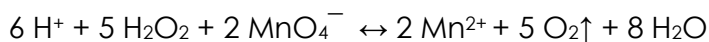
- 1) Peróxido de hidrogeno concentrado.
 - A. Contiene no menos de 29.0 por ciento y no más de 32.0 por ciento, en peso, de H_2O_2 . Contiene no más de 0.05 por ciento de un conservante o conservantes adecuados.
 - B. Valoración: Pesar o medir con exactitud aproximadamente 1 mL de concentrado en un matraz volumétrico tarado de 100 mL, diluir a volumen con agua y mezclar. Agregar 20 mL de ácido sulfúrico 2 N a 20.0 mL de esta solución y valorar con permanganato de potasio 0.1N SV¹. Cada mL de permanganato de potasio 0.1 N equivale a 1.701 mg de H_2O_2 .
- 2) Peróxido de hidrógeno, solución tópica.
 - A. La solución tópica de peróxido de hidrógeno contiene, en cada 100 mL, no menos de 2.5 g y no más de 3.5 g de H_2O_2 . Contiene no más de 0.05 por ciento de un conservante o conservantes adecuados.
 - B. Valoración: Pipetear 2 mL de solución tópica y transferir a un matraz adecuado que contenga 20 mL de agua. Agregar 20 mL de ácido sulfúrico 2N y valorar con permanganato de potasio 0.1 N equivalente a 1.701 mg de H_2O_2 .

¹ SV= Solución volumétrica de concentración perfectamente conocida.



7.4 Reacción de valoración para el peróxido de hidrógeno.

La reacción de valoración redox (en forma iónica) con el permanganato de potasio en solución ácida con el ácido sulfúrico (pH≈ 1) es la que se presenta a continuación:

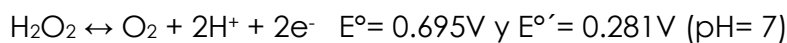


$$\text{Con una constante de reacción } K_R = \frac{[\text{Mn}^{2+}]^2}{[\text{H}^+]^6[\text{H}_2\text{O}_2]^5[\text{MnO}_4^-]^2}$$

$$\Delta E^{\circ'} = \Delta E^{\circ} + \frac{0.059}{n} \log \frac{[\text{Mn}^{2+}]^2}{[\text{H}^+]^6[\text{H}_2\text{O}_2]^5[\text{MnO}_4^-]^2}$$

$$K_{eq} = 10^{\frac{n(\Delta E^{\circ})}{0.059}} = 10^{\frac{10(1.5027 \text{ V} - 0.281 \text{ V})}{0.059}} = 10^{207.068}$$

Las semirreacciones de las especies reaccionantes son:



8. Procedimiento experimental

El experimento se diseñó para comparar los resultados de la nueva técnica propuesta (ultramicrovaloraciones) con las valoraciones convencionales que comúnmente se desarrollan en los laboratorios de docencia en el área de Química Analítica. Para ello se empleó una muestra comercial de peróxido de hidrógeno, la cual fue evaluada con la técnica propuesta y con las valoraciones convencionales. Además para dar certeza de que los resultados obtenidos tuvieran un mayor grado de confianza se evaluó un estándar de peróxido de hidrógeno.

Las características de la muestra y del estándar se muestran en los apartados de su preparación y obtención.

8.1 Obtención de la muestra.

Con el propósito de emplear una muestra representativa de la solución tópica se adquirieron 20 muestras comerciales de la solución tópica de Peróxido de Hidrógeno de 250 mL cada una de marca "Productos de curación S.A. de C.V." con número de lote OX020914P1:



- a. Se utilizaron 50 mL de cada frasco y se mezclaron para obtener una solución muestra total (Solución A)*,
- b. de la solución A se tomaron 3 mL y se mezclaron con 30 mL de H_2SO_4 de concentración 1.7985 M y se llevó a volumen de 50 mL con agua destilada (solución B),
- c. de la solución B se tomaron 2 mL y se llevaron a un volumen de 25 mL con agua destilada (Solución C o Solución muestra).

* La solución A fue resguardada y canalizada a los laboratorios de docencia para ser utilizada en prácticas y proyectos de potenciometría, con lo que se evita la producción de residuos al ambiente.

8.2 Preparación de H_2O_2 estándar.

Dado que se empleó un escalamiento (10:1)² de la técnica descrita en la FEUM se diluyeron 5 mL del estándar Sigma[®] de peróxido de hidrógeno con agua destilada a un volumen de 50 mL, ésta solución se utilizó en las determinaciones. En las determinaciones se mezcló 0.2 mL de la solución del estándar, 2 mL de ácido sulfúrico 2 N y 2 mL de agua destilada, estas alícuotas se prepararon al momento de la determinación.

8.3 Preparación de la muestra (para valoraciones convencionales).

Para la valoración de la solución tópica se realizó el mismo escalamiento que se usó en el estándar, pero sin hacer la dilución inicial, es decir, se mezclaron 0.2 mL de solución tópica (de la solución A), 2 mL de ácido sulfúrico 2 N y 2 mL de agua destilada; éstas alícuotas también fueron preparadas justo al momento de la determinación.

8.4 Preparación de KMnO_4 estándar.

Se empleó una solución estandarizada Titrisol[®] 0.1 N de la cual se tomaron 5 mL y se diluyó a 25 mL con agua destilada, solución estándar 0.0194 N. La solución Titrisol[®] se estandarizó con oxalato de sodio, obteniendo una concentración 0.0194 M [0.097 N].

² El escalamiento 10:1 significa que se hará a una décima parte de los volúmenes descritos en la FEUM. Estos volúmenes se modificaron dado que la FEUM indicaba el empleo de cantidades muy grandes, de hasta 40 mL, de cada alícuota.



8.5 Montaje experimental de las valoraciones convencionales.

Se valoraron 5 alícuotas de la solución estándar diluida y 10 valoraciones de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno; las alícuotas se prepararon como se indicó con anterioridad, y se empleó la solución estandarizada de KMnO_4 5V. En la Figura 6 se muestra el montaje experimental de las valoraciones convencionales, de la técnica escalada, para la valoración de la solución estándar y muestra (para valoraciones convencionales).

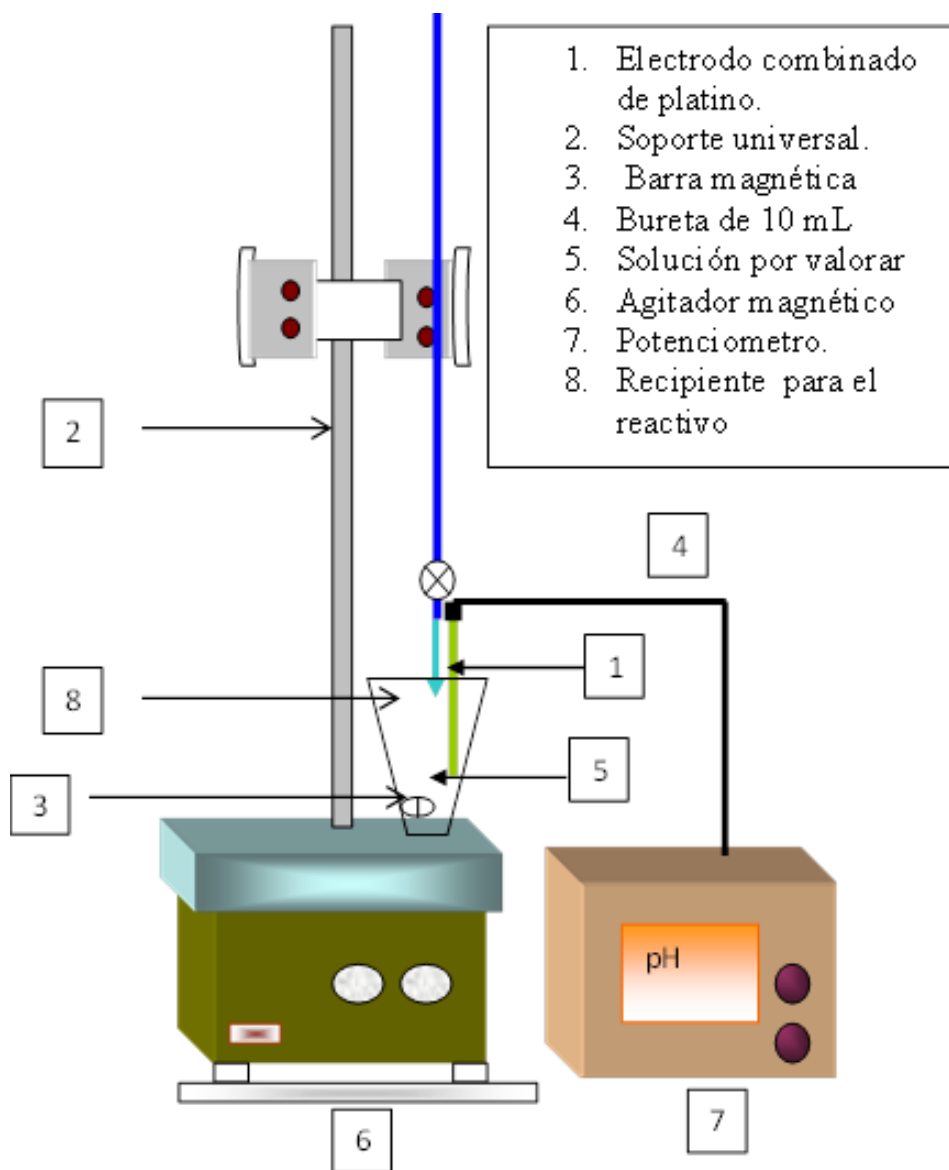


Figura 6. Esquema del montaje experimental utilizado para las valoraciones redox convencionales.



8.6 Montaje experimental de las ultramicrovaloraciones.

Se valoraron potenciométricamente 10 alícuotas de 100 μ L de la solución muestra con la solución estandarizada de KMnO_4 de acuerdo al montaje que se muestra en la figura 7. En la tabla 5 se describen cada uno de los componentes que se emplearon en el montaje.

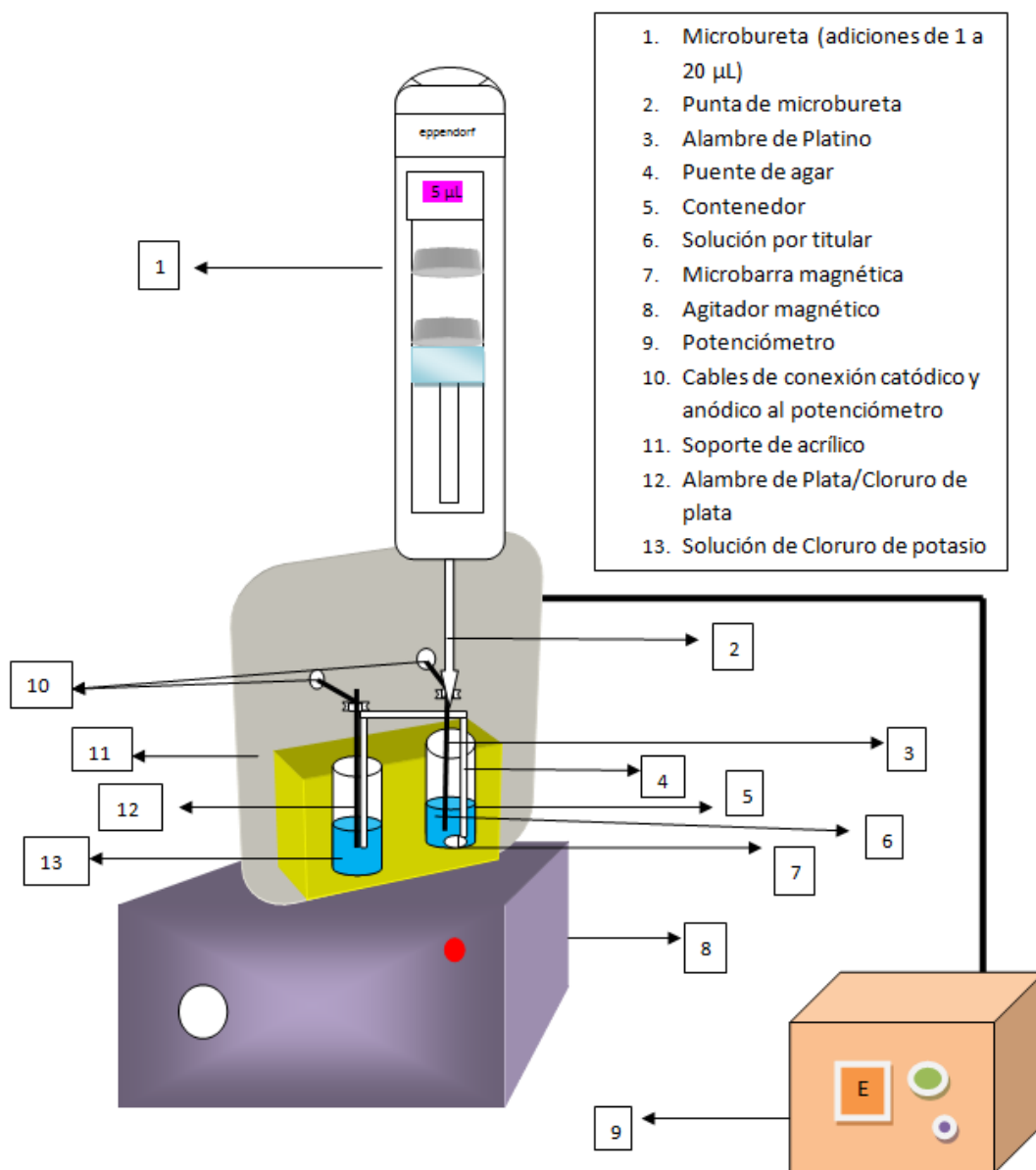


Figura 7.- Montaje experimental de la ultramicrovaloración potenciométrica de peróxido de hidrógeno (solución tóxica) con permanganato de potasio.



En la tabla 5 (ver anexo 1) se muestra la descripción de cada uno de los componentes que se emplearon en el montaje experimental de las ultramicrovaloraciones.

El seguimiento de todas las valoraciones redox se realizó mediante el empleo de un potenciómetro marca OAKTON® modelo "pH 110"; la micropipeta digital se empleó como microbureta en las ultramicrovaloraciones para hacer adiciones consecutivas de 4 μL permanganato de potasio, para valorar 100 μL de peróxido de hidrógeno (solución muestra). La bureta de 10 mL empleada en las valoraciones convencionales era clase A y se adicionaron volúmenes de 0.25 mL de permanganato para valorar las alícuotas de peróxido de hidrógeno estándar y solución tópica.

La micropipeta empleada en la experimentación también nos proporciona los datos de error sistemático y error aleatorio para las adiciones realizadas en la experimentación, los cuales son: $\pm 0.052 \mu\text{L}$ de error sistemático y $\pm 0.08 \mu\text{L}$ de error aleatorio, los cuales corresponden al ± 1.3 y ± 2 por ciento de error respectivamente para las adiciones de volumen de 4 μL realizadas.

9. Resultados experimentales.

Los resultados experimentales obtenidos tras la realización de 5 valoraciones convencionales del estándar de peróxido de hidrógeno y 10 valoraciones de la solución tópica se muestran a continuación, y en la figuras se muestra el comportamiento gráfico promedio de las mismas.

Cada una de las valoraciones por separado y su gráfico correspondiente se muestran en la segunda parte de anexos del presente documento.

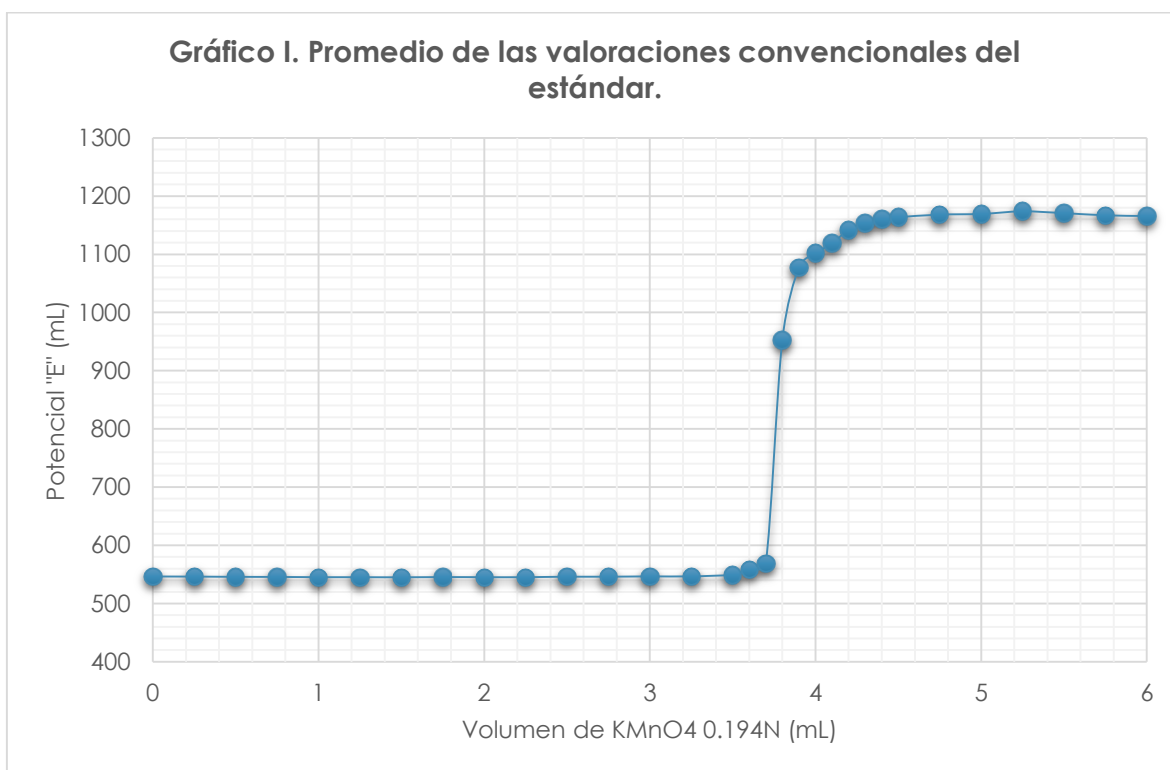
En las siguientes tablas se muestran los resultados obtenidos en la determinación del porcentaje de peróxido de hidrogeno en la solución tópica y estándar, desviación estándar, promedio, coeficiente de variación y desviación de la concentración de las muestras originales.



9.1 Valoraciones convencionales del estándar

Tabla I. Cálculo del porcentaje (%) de H₂O₂ en la solución estándar y la desviación, empleando valoraciones convencionales.

Valoración	Vol. Punto de eq. (mL)	Porcentaje de H ₂ O ₂ (%)	Desviación (%)
1	3.85	31.743	1.743
2	3.75	30.919	0.919
3	3.75	30.919	0.919
4	3.75	30.919	0.919
5	3.75	30.919	0.919
Promedio		31.084	
Desviación estándar		0.369	
Coefficiente de variación (%)		1.186	
Volumen de std (mL)	0.200	Factor de dilución	10.000
Conc. KMnO ₄ [N]	0.097	Marbete (%)	30.00

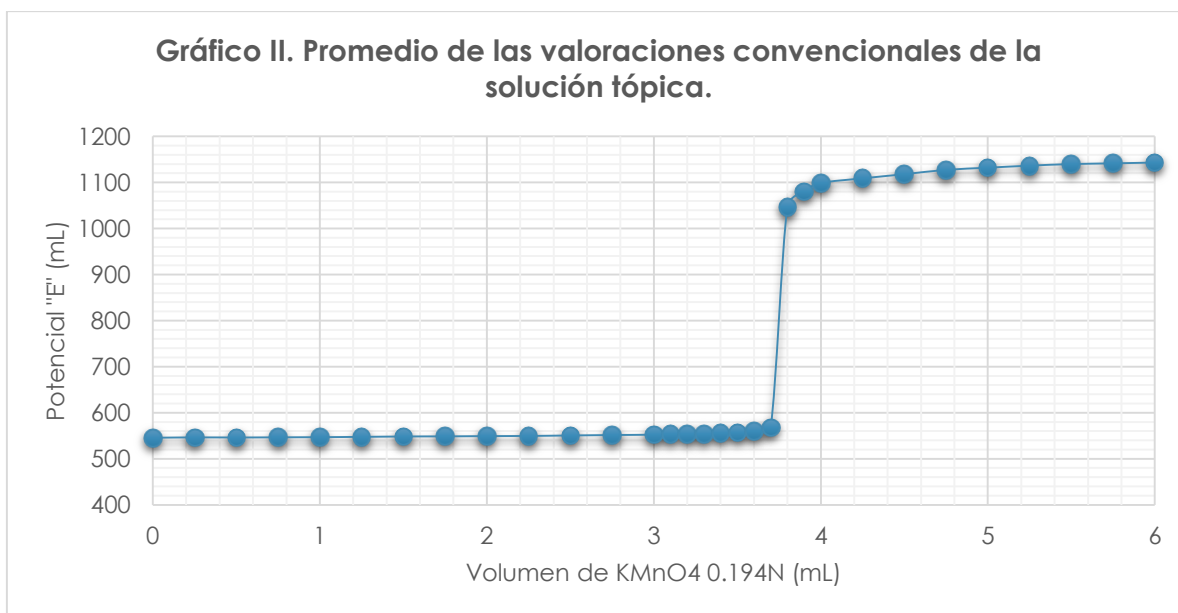




9.2 Valoraciones convencionales de la solución tópica.

Tabla II. Cálculo del porcentaje (%) de H₂O₂ en la solución tópica y la desviación, empleando valoraciones convencionales.

Valoración	Vol. Punto de eq. (mL)	Porcentaje de H ₂ O ₂ (%)	Desviación (%)
1	3.75	3.092	0.092
2	3.85	3.174	0.174
3	3.75	3.092	0.092
4	3.75	3.092	0.092
5	3.75	3.092	0.092
6	3.75	3.092	0.092
7	3.75	3.092	0.092
8	3.75	3.092	0.092
9	3.75	3.092	0.092
10	3.75	3.092	0.092
Promedio		3.100	
Desviación estándar		0.026	
Coefficiente de variación (%)		0.841	
Volumen de sol. tópica (mL)	0.200	Factor de dilución	1.000
Conc. KMnO ₄ [N]	0.097	Marbete (%)	3.00





Los resultados experimentales obtenidos al evaluar la solución muestra de peróxido de hidrógeno empleando las ultramicrovaloraciones se muestran a continuación en la siguiente tabla.

Cada una de las valoraciones por separado y su gráfico correspondiente se muestran en la parte de anexos del presente documento.

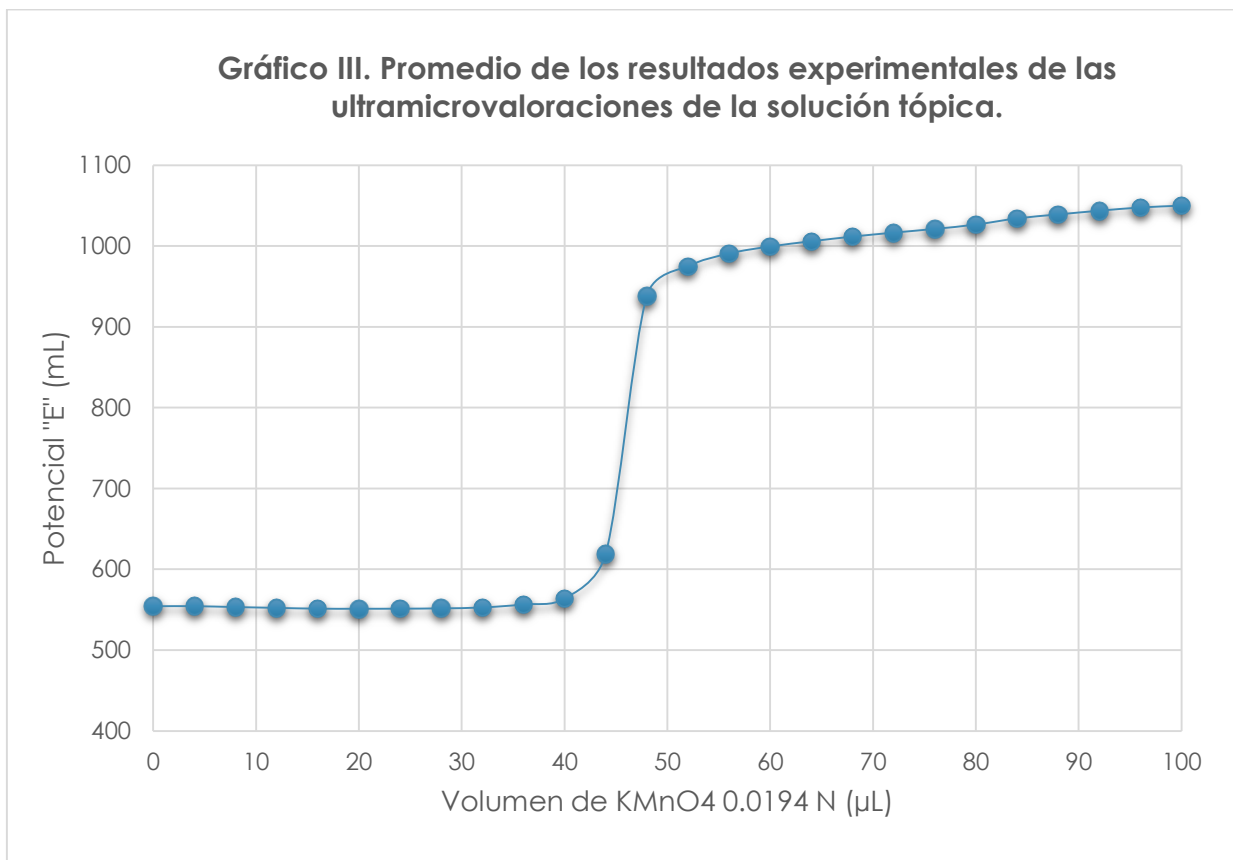
9.3 Ultramicrovaloraciones de la solución tópica.

Tabla III. Cálculo del porcentaje (%) de H_2O_2 en la solución tópica y la desviación, empleando las ultramicrovaloraciones.

Valoración	Vol. Punto de eq. (mL)	Porcentaje de H_2O_2 (%)	Desviación (%)
1	0.046	3.161	0.161
2	0.046	3.161	0.161
3	0.046	3.161	0.161
4	0.046	3.161	0.161
5	0.046	3.161	0.161
6	0.046	3.161	0.161
7	0.042	2.886	-0.114
8	0.046	3.161	0.161
9	0.046	3.161	0.161
10	0.046	3.161	0.161
Promedio		3.133	
Desviación estándar		0.087	
Coefficiente de variación (%)		2.774	
Volumen de alícuota (mL)	0.100	Factor de dilución	208.33
Conc. $KMnO_4$ [N]	0.0194	Marbete (%)	3.00



Gráfico III. Promedio de los resultados experimentales de las ultramicrovaloraciones de la solución tópica.



10. Tratamiento de resultados

Para la determinación de los puntos de equivalencia en cada una de las valoraciones realizadas, se efectuaron los gráficos de Gran; solo se determinó la primera derivada de las gráficas de resultados experimentales.

En la segunda parte de anexos, se muestran las gráficas de Gran (primera derivada) de las valoraciones convencionales de la solución tópica y del estándar de peróxido de hidrógeno, así como también las tablas donde se muestran los cálculos realizados. En las tablas se promedia cada par de volúmenes de valorante (KMnO₄) adicionado, y se calcula el valor $\Delta E/\Delta V$.

Para cada una de las determinaciones se calculó el coeficiente de variación de los porcentajes de peróxido de hidrógeno contenido en la muestra original, es



decir, solución tópica (de concentración teórica de 3%) y estándar de peróxido de hidrógeno (32% teórico).

El cálculo del porcentaje de peróxido de hidrogeno se muestra a continuación para cada uno de los casos.

1. Por ciento (%) de H_2O_2 en el estándar de peróxido de hidrógeno, empleando valoraciones convencionales:

$$3.77mL \left(\frac{0.097meq}{mL} \right) \left(\frac{1mmol}{2meq} \right) \left(\frac{34mgH_2O_2}{1mmol} \right) \left(\frac{1g}{1000mg} \right) \left(\frac{50mL}{5mL} \right) \left(\frac{100mL \text{ solución estándar}}{0.2mL \text{ alicuota}} \right) \\ = 31.0836g \text{ de } H_2O_2 / 100mL \text{ de estándar}$$

2. Por ciento (%) de H_2O_2 en la solución tópica, emplando valoraciones convencionales:

$$3.77mL \left(\frac{0.097meq}{mL} \right) \left(\frac{1mmol}{2meq} \right) \left(\frac{34mgH_2O_2}{1mmol} \right) \left(\frac{1g}{1000mg} \right) \left(\frac{100mL \text{ solución tópica}}{0.2mL \text{ alicuota}} \right) \\ = 3.10836g \text{ de } H_2O_2 / 100mL \text{ de solución tópica}$$

3. Por ciento (%) de H_2O_2 en la solución tópica, emplando ultramicrovaloraciones:

$$0.0456mL \left(\frac{0.0194meq}{mL} \right) \left(\frac{1mmol}{2meq} \right) \left(\frac{50mL}{3mL} \right) \left(\frac{25mL}{2mL} \right) \left(\frac{34mg H_2O_2}{1mmol} \right) \left(\frac{1g}{1000mg} \right) \left(\frac{100mL \text{ solución tópica}}{0.1mL \text{ alicuota}} \right) \\ = 2.8857g \text{ de } \frac{H_2O_2}{100mL} \text{ de solución tópica.}$$

11. Análisis de Resultados

11.1 Pruebas estadísticas para el análisis de resultados

Para determinar si existen diferencias significativas entre el nuevo método propuesto (ultramicrovaloraciones) y las valoraciones convencionales (escalamientos de lo indicado en la FUEM) se utilizaron las pruebas de "t de Student y Fisher" para comprobar que no existen diferencias entre ellos.

En la prueba de t se empleó el caso 2: Comparación de medidas repetidas "Se mide una cantidad varias veces con dos métodos diferentes, que dan dos resultados distintos, cada uno con su desviación estándar".

Al aplicar la prueba t entre dos métodos se supone que ambos métodos tienen esencialmente la misma desviación estándar; es decir, cada uno representa la



misma precisión de la población (misma desviación). Esto se puede verificar utilizando la prueba F descrita en el marco teórico del presente trabajo.

En la siguiente tabla se muestran los valores de la varianza (cuadrado de la desviación estándar) para el cálculo de F y los grados de libertad para cada una de las valoraciones realizadas.

Determinación	Grados de libertad	Coeficiente de variación (%)
10 UMV*	9	2.774
10 VC**	9	0.841
5 VC**	4	1.186

*ultramicrovaloraciones
**Valoraciones convencionales

Para la comparación entre los métodos descritos anteriormente se postulan las hipótesis estadísticas pertinentes; ya que se desea saber si existen diferencias significativas entre ambos métodos:

- Hipótesis nula (H_0).
- No existen diferencias significativas entre los métodos ($t_{calculada} \leq t_{tabulada}$)
- Hipótesis alterna (H_a).
- Existen diferencias significativas entre los métodos ($t_{calculada} > t_{tabulada}$)

11.1.1 Cálculo de F.

Para la comparación entre las valoraciones convencionales del estándar de peróxido de hidrógeno y las valoraciones convencionales de la solución tópica.

$$F_{calculada} = \frac{1.186}{0.841} = 1.4102, \quad F_{tabulada} = 3.63$$

Como $F_{calculada} < F_{tabulada}$ por lo tanto las desviaciones estándar entre ambos métodos son iguales. Con lo cual comprobamos que las valoraciones convencionales escaladas a lo descrito en la FEUM son significativamente iguales entre ellos y tienen la capacidad para determinar la concentración de un estándar y una muestra comercial de peróxido de hidrógeno.



Para la comparación entre las valoraciones convencionales y ultramicrovaloraciones de la solución tópica.

$$F_{calculada} = \frac{2.774}{0.841} = 3.2984, \quad F_{tabulada} = 3.18$$

Como $F_{calculada} > F_{tabulada}$ por lo tanto las desviaciones estándar entre ambos métodos no son iguales y existen diferencias significativas entre ellos, pero observando los datos para cada uno de los grupos de prueba (convencional y alternativo), solamente un dato de diez para cada una de estas, presenta una diferencia con respecto al resto de los datos. Si se toman solamente los nueve datos en donde no existe esa diferencia, no existe diferencia entre las desviaciones estándar de los dos grupos.

Por consiguiente los métodos no se pueden comparar en la prueba de t asumiendo la misma desviación, y es necesario plantear la prueba de t como se muestra a continuación.

11.1.2 Cálculo de t

Dado que entre valoraciones convencionales y las ultramicrovaloraciones de la solución tópica existieron diferencias significativas que demuestran que no se pueden combinar las desviaciones estándar entre ambos métodos, esto quiere decir que al aplicar cualquiera de los dos métodos, ambos pueden tener diferente precisión, sin embargo estos pueden proporcionar el mismo promedio en las mediciones, ello se comprueba al calcular el valor de t, a partir de las siguientes ecuaciones:

$$t_{calculada} = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2}}$$

$$\text{Grados de libertad (gl)} = \left\{ \frac{(S_1^2/n_1 + S_2^2/n_2)^2}{\frac{(S_1^2/n_1)^2}{n_1+1} + \frac{(S_2^2/n_2)^2}{n_2+1}} \right\} - 2$$

-las ecuaciones anteriores fueron descritas en el marco teórico de este trabajo.

$$t_{calculada} = \frac{|3.100 - 3.133|}{\sqrt{\frac{2.774}{10} + \frac{0.841}{10}}} = 0.05488$$



$$gl = \left\{ \frac{\left(\frac{2.774}{10} + \frac{0.841}{10} \right)^2}{\frac{(2.774/10)^2}{10+1} + \frac{(0.841/10)^2}{10+1}} \right\} - 2 = 15.1083 \approx 15$$

$$t_{\text{tabulada}} = 2.131 \text{ al } 95\% \text{ de confianza}$$

Como $t_{\text{calculada}} < t_{\text{tabulada}}$, y de acuerdo con Miller (2002) por lo tanto se acepta la hipótesis nula de que el método no da valores significativamente diferentes para las concentraciones medias de peróxido de hidrógeno comparado con el método convencional.

Se ha comprobado, que a pesar de que las desviaciones estándar entre ambos métodos son significativamente diferentes, los métodos demuestran proporcionar resultados comparables a un nivel de confianza del 95%, es decir, ambos métodos proporcionan los mismos resultados.

El nuevo método de ultramicrovaloraciones provee resultados con la misma media que el método convencional descrito en la FEUM; se calcula el intervalo de confianza de las mediciones empleando el método propuesto, usando la fórmula de nivel de confianza:

$$\text{Nivel de confianza} = \bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$$

Intervalo inferior de confianza:

$$3.133\% - \frac{2.262 * 0.087}{\sqrt{10}} = 3.0708\% \text{ para un nivel de confianza del } 95\%$$

Intervalo superior de confianza:

$$3.133\% + \frac{2.262 * 0.087}{\sqrt{10}} = 3.1952\% \text{ para un nivel de confianza del } 95\%$$

Los intervalos de confianza y resultados de las ultramicrovaloraciones caen dentro de lo indicado por la FEUM para la solución tópica.

Se realizaron 10 ultramicrovaloraciones de solución tópica cuyos resultados arrojan un contenido de 3.108 g de H_2O_2 /100 mL de la solución que con respecto a la cantidad reportada en el marbete de la solución tópica (3 g /100 mL de solución tópica), considerando que la FEUM indica que se puede aceptar un contenido entre 2.5–3.5 % entonces el resultado obtenido se encuentra dentro de la norma y se obtiene un error del 3.6 % en la determinación.

En cuanto a las valoraciones convencionales de solución tópica, se efectuaron 10 valoraciones obteniéndose 2.886 g de H_2O_2 /100 mL de solución tópica que con



respecto a la cantidad reportada en el marbete de la solución tópica (3 g /100 mL de solución tópica), considerando que la FEUM indica que se puede aceptar un contenido entre 2.5 – 3.5 % entonces el resultado obtenido se encuentra dentro de la norma, se obtiene un error del 3.8 % en la determinación.

Se realizaron también 5 valoraciones convencionales de una solución estándar de H_2O_2 utilizando el mismo método de valoración que el utilizado para la solución tópica arrojando un contenido de 31.084 g de H_2O_2 /100 mL de solución que con respecto a la cantidad reportada en el marbete de la solución estándar (30 g /100 mL de solución), considerando que la FEUM indica que se puede aceptar un contenido entre 29–32 % entonces el resultado obtenido se encuentra dentro de la norma y se obtiene un error del 3.61 % en la determinación.

El volumen de residuos obtenidos de 30 ultramicrovaloraciones fue de 4 mL, mientras que para 20 valoraciones convencionales fue de 110 mL, los residuos generados en el método propuesto es 41.26 veces menor al de la valoración convencional, en el cual se valoró un volumen de 4.2 mL para la solución tópica. Además debemos de considerar que las valoraciones del estándar de peróxido de hidrógeno se realizaron con un escalamiento de diez veces MENOR el volumen que dicta emplear la FEUM, por consiguiente si las pruebas se hubiesen realizado conforme se establece en ella, la disminución de residuos sería de 412.6 veces menor.

12. Conclusiones

Se cuantificó el contenido de peróxido de hidrógeno en una solución tópica mediante ultramicrovaloraciones con seguimiento potenciométrico, resultando viable la cuantificación dado que los resultados obtenidos entraban dentro de lo indicado por la FEUM para el estándar y para las solución tópica, con la ventaja de utilizar una cantidad mínima de reactivos analíticos y por ende minimizar la generación de residuos.

Al realizar la comparación estadística correspondiente (prueba t de Student) se comprobó que no existe diferencia significativa entre los resultados promedio de ambos métodos.

Dados los resultados obtenidos se concluye que es viable aplicar este procedimiento analítico en los laboratorios de docencia.

Los resultados obtenidos muestran que las ultramicrovaloraciones son una opción factible para la cuantificación de medicamentos por métodos potenciométricos



y considerando que una gran cantidad de estos se valoran en medio acuoso, esta es una alternativa de bajo costo y con mínima contaminación.

Observando las gráficas obtenidas en las valoraciones convencionales y en las ultramicrovaloraciones, se determina que no existe diferencia en la geometría de las curvas de valoración en ambos métodos, concluyendo que no existe ninguna pérdida de información para la cuantificación del peróxido mediante las ultramicrovaloraciones.

Se recomienda entonces que la metodología de las ultramicrovaloraciones se validen para cada caso específico en donde se pretendan implementar como técnicas de cuantificación confiables, reproducibles y robustas, con lo que se ocasionaría una disminución considerable del uso de reactivos tóxicos y por consiguiente la baja generación de residuos al ambiente.

Los métodos de cuantificación potencimétricos utilizando las ultramicrovaloraciones, presentan diversas ventajas sobre las valoraciones convencionales, como por ejemplo:

1. Se utilizan mínimas cantidades de reactivos
2. Se minimiza el uso de agua
3. Se disminuyen riesgos para el operario
4. Prácticamente no se generan residuos
5. Los costos son muy bajos.

Dado lo anterior, validar este método y lograr que se acepte como estándar internacional, representaría, para la industria farmacéutica un ahorro significativo y su utilización en las universidades puede crear conciencia en el estudiante para ejercer su profesión de manera responsable, ambientalmente hablando.



Referencias:

- [1] Baeza, A., Microbureta a Microescala Total para Titulometría. Revista Chilena de Educación Científica. (2003) pág. 4-7.
- [2] Miller J., Miller J., (2002). Estadística y Quimiometría para Química Analítica. Madrid: cuarta edición, Pearson Educación.
- [3] Christian G., (2009). Química Analítica. México: sexta edición, McGraw-Hill.
- [4] Harris D. (2012). Análisis químico cuantitativo. Barcelona: tercera edición (sexta edición original), Reverté.
- [5] Brunatti, C. y De Napoli, H. (2015/08/26). Métodos potenciométricos. Recuperado de: <http://goo.gl/s0oTPY>
- [6] Islas C. G., (2014), *Validación de ultramicrovaloraciones potenciométricas de naproxeno con hidróxido de sodio*. Tesis de licenciatura en licenciatura en farmacia. UNAM, FES-Cuautitlán. México.
- [7] Pohlenz A.G. (2010). Microvaloraciones ácido-base, redox y complejométricas utilizando potenciómetros y multímetros como sistema de medición.. Tesis de Licenciatura en Ingeniería Química. UNAM F.E.S. Cuautitlán. México.
- [8] Montagut P., Nieto E., Sansón C., (2015/09/01), Química verde y microescala: por un futuro mejor. Recuperado de: <http://goo.gl/Dbq3fl>
- [9] Ibáñez J., (2005), *Microscale chemistry in latin america*, Departamento de Ingeniería y Ciencias Químicas Universidad Iberoamericana, Revista de la Facultad de Ciencias, Pontificia universidad javeriana.
- [10] Peróxido de hidrógeno, (2015/01/09) Recuperado de: <http://goo.gl/QES9qJ>
- [11] Harper A., (2011), Los beneficios del peróxido de hidrógeno- agua oxigenada y sus múltiples usos, Recuperado el 01 de Septiembre de 2015 de: <http://goo.gl/6FQuSq>
- [12] Secretaría de Salud, Comisión permanente de la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM) 10 ed. México; 2011
- [13] Ibáñez, J.G., La química en microescala en México: hacia una panorámica general, Educación Química, 11(1) 168-171, 2000.
- [14] Torres, E. E. y Castrellón S, A. J.P., Minimización del impacto ecológico empleando microescala en los laboratorios de enseñanza Química Educación Química 11(2) 262- 265, 2000.
- [15] Berry, D. E. ¿Microescala o reducción de escala? Perspectivas en Química Inorgánica, Educación Química, 11[2] 256-260, 2000.
- [16] Carrillo, M., González R.M., Hernández G., Montagut P., Nieto E., Sandoval R., Sansón C., Microescala. Química General Manual de Laboratorio, Facultad de Química, UNAM, 1997.



Anexos

Anexo 1.- Tablas del marco teórico

Tabla 2. Tolerancia de micropipetas según el fabricante.

Volumen de pipeta (μL)	Para un 10% del volumen de la pipeta		Para un 100% del volumen de la pipeta	
	Exactitud (%)	Precisión (%)	Exactitud (%)	Precisión (%)
<i>Pipetas ajustables</i>				
0.2-2	± 8	± 4	± 1.2	± 0.6
1-10	± 2.5	± 1.2	± 0.8	± 0.4
2.5-25	± 4.5	± 1.5	± 0.8	± 0.2
10-100	± 1.8	± 0.7	± 0.6	± 0.15
30-300	± 1.2	± 0.4	± 0.4	± 0.15
100-1000	± 1.6	± 0.5	± 0.3	± 0.12
<i>Pipetas fijas</i>				
10			± 0.8	± 0.4
25			± 0.8	± 0.3
100			± 0.5	± 0.2
500			± 0.4	± 0.18
1000			± 0.3	± 0.12

Fuente: Datos obtenidos de Hamilton Co., Reno, NV.

Tabla 3. Tolerancia de buretas de clase A.

Volumen de la bureta (mL)	Graduación mínima (mL)	Tolerancia (mL)
5	0.01	± 0.01
10	0.05 ó 0.02	± 0.02
25	0.1	± 0.03
50	0.1	± 0.05
100	0.2	± 0.1



Tabla 4. Valores de F a nivel de confianza del 95%. (grados de libertad= $v = gl$)

Valores de F al nivel de confianza 95%												
	$v_1 = 2$	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30
$v_2 = 2$	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5
3	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.70	8.66	8.62
4	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.86	5.80	5.75
5	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.62	4.56	4.50
6	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	3.94	3.87	3.81
7	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.51	3.44	3.38
8	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.22	3.15	3.08
9	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.01	2.94	2.86
10	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.85	2.77	2.70
15	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.40	2.33	2.25
20	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.20	2.12	2.04
30	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.01	1.93	1.84

Tabla 5. Descripción general de los componentes empleados en el montaje experimental de las ultramicrovaloraciones.

COMPONENTE	DESCRIPCIÓN
1. Micropipeta digital	EPPENDORF Multipette plus
2. Punta de 1 mL	EPPENDORF Combitips plus
3. Alambre de platino (electrodo indicador)	Calibre 75 milésimas de 5 cm de longitud
4. Puente de Agar	Agar marca "Sigma" elaborado con 30 gramos de KCl y 3 gramos de hojuelas de agar-agar, en 100 mL de agua destilada.
5. Contenedor	Tubo de ensaye con capacidad de 1.5 mL
6. Solución por valorar	Alícuotas de peróxido de hidrógeno estándar o muestra
7. Microbarra magnética	De (3 x 1) mm
8. Agitador Magnético	Agitador magnético analógico Cimarec, THERMO SCIENTIFIC®. Velocidad regulable 50 a 1200 rpm.
9. Potenciómetro	OAKTON pH 110
10. Cable catódico/anódico	Cable coaxial con entrada BNC al potenciómetro y con caimanes para conexión con alambres
11. Soporte de acrílico	Diseñada como se muestra en la figura 1
12. Alambre de plata con cloruro de plata. (electrodo de referencia)	Calibre 75 milésimas de 5 cm de longitud
13. Disolución de Referencia	Disolución de KCl 3M



Anexo 2.- Tablas de resultados experimentales.

Resultados del estándar.

Tabla 1. Resultados Experimentales de la valoración convencional del estándar de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	1 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	554		
0.25	552	0.125	-8
0.5	551	0.375	-4
0.75	550	0.625	-4
1	548	0.875	-8
1.25	548	1.125	0
1.5	547	1.375	-4
1.75	547	1.625	0
2	547	1.875	0
2.25	547	2.125	0
2.5	547	2.375	0
2.75	548	2.625	4
3	549	2.875	4
3.25	549	3.125	0
3.5	549	3.375	0
3.6	569	3.55	200
3.7	598	3.65	290
3.8	645	3.75	470
3.9	1120	3.85	4750
4	1130	3.95	100
4.1	1147	4.05	170
4.2	1161	4.15	140
4.3	1173	4.25	120
4.4	1176	4.35	30
4.5	1159	4.45	-170
4.75	1159	4.625	0
5	1159	4.875	0
5.25	1163	5.125	16
5.5	1165	5.375	8
5.75	1165	5.625	0
6	1167	5.875	8

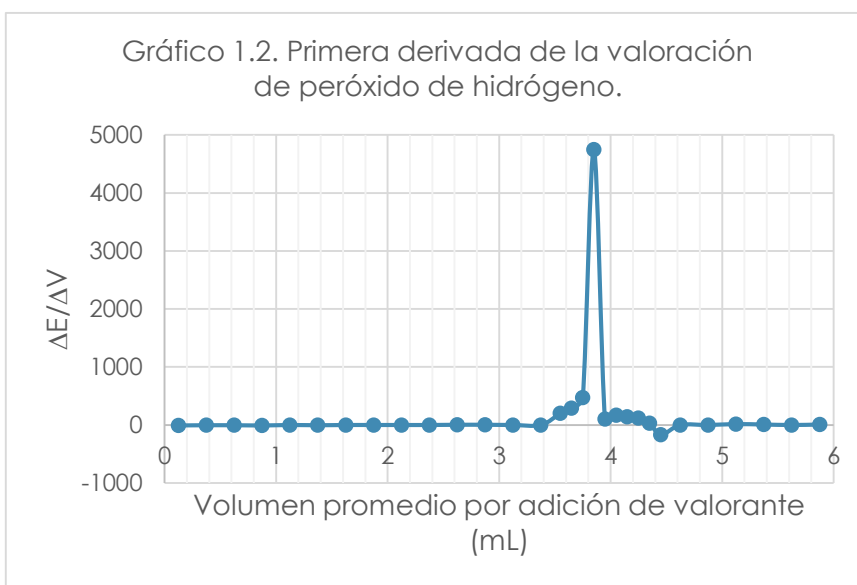
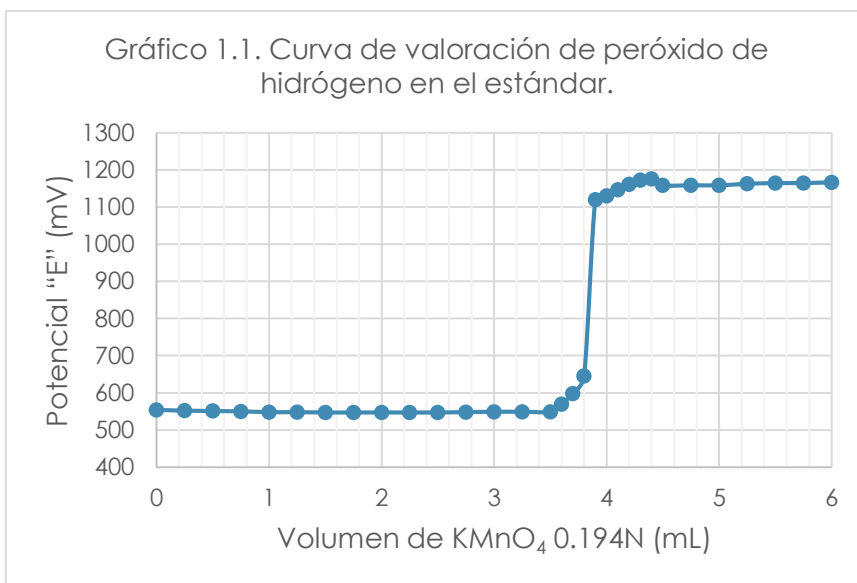




Tabla 2. Resultados Experimentales de la valoración convencional del estándar de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	2 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	543		
0.25	543	0.125	0
0.5	542	0.375	-4
0.75	542	0.625	0
1	542	0.875	0
1.25	542	1.125	0
1.5	542	1.375	0
1.75	544	1.625	8
2	543	1.875	-4
2.25	543	2.125	0
2.5	543	2.375	0
2.75	543	2.625	0
3	545	2.875	8
3.25	545	3.125	0
3.5	551	3.375	24
3.6	549	3.55	-20
3.7	557	3.65	80
3.8	998	3.75	4410
3.9	1056	3.85	580
4	1072	3.95	160
4.1	1095	4.05	230
4.2	1130	4.15	350
4.3	1142	4.25	120
4.4	1151	4.35	90
4.5	1163	4.45	120
4.75	1169	4.625	24
5	1175	4.875	24
5.25	1177	5.125	8
5.5	1179	5.375	8
5.75	1165	5.625	-56
6	1159	5.875	-24

Gráfico 2.1. Curva de valoración de peróxido de hidrógeno en el estándar.

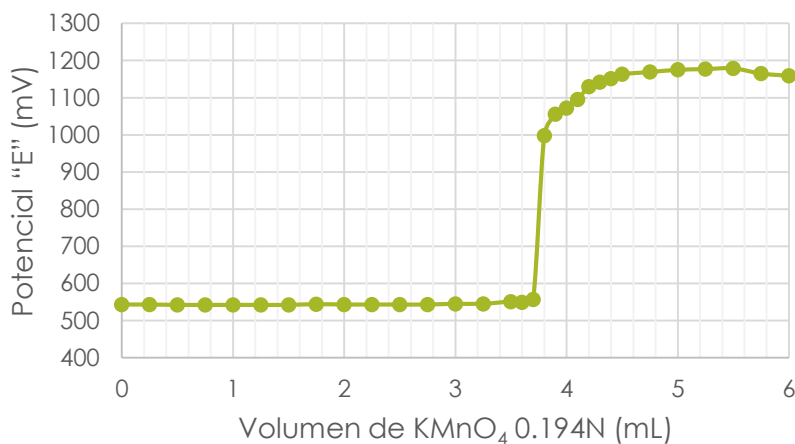


Gráfico 2.2. Primera derivada de la valoración de peróxido de hidrógeno.

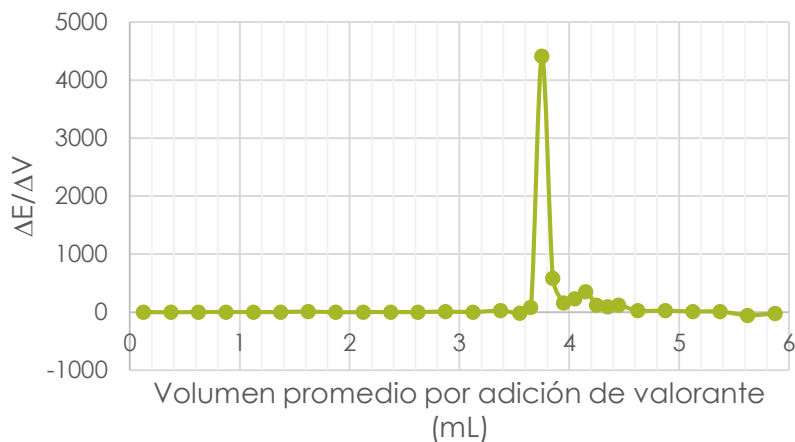




Tabla 3. Resultados Experimentales de la valoración convencional del estándar de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	3 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	554		
0.25	554	0.125	0
0.5	554	0.375	0
0.75	554	0.625	0
1	554	0.875	0
1.25	554	1.125	0
1.5	554	1.375	0
1.75	554	1.625	0
2	554	1.875	0
2.25	554	2.125	0
2.5	554	2.375	0
2.75	554	2.625	0
3	554	2.875	0
3.25	554	3.125	0
3.5	559	3.375	20
3.6	561	3.55	20
3.7	567	3.65	60
3.8	1112	3.75	5450
3.9	1126	3.85	140
4	1131	3.95	50
4.1	1142	4.05	110
4.2	1152	4.15	100
4.3	1158	4.25	60
4.4	1163	4.35	50
4.5	1167	4.45	40
4.75	1173	4.625	24
5	1183	4.875	40
5.25	1193	5.125	40
5.5	1165	5.375	-112
5.75	1165	5.625	0
6	1165	5.875	0

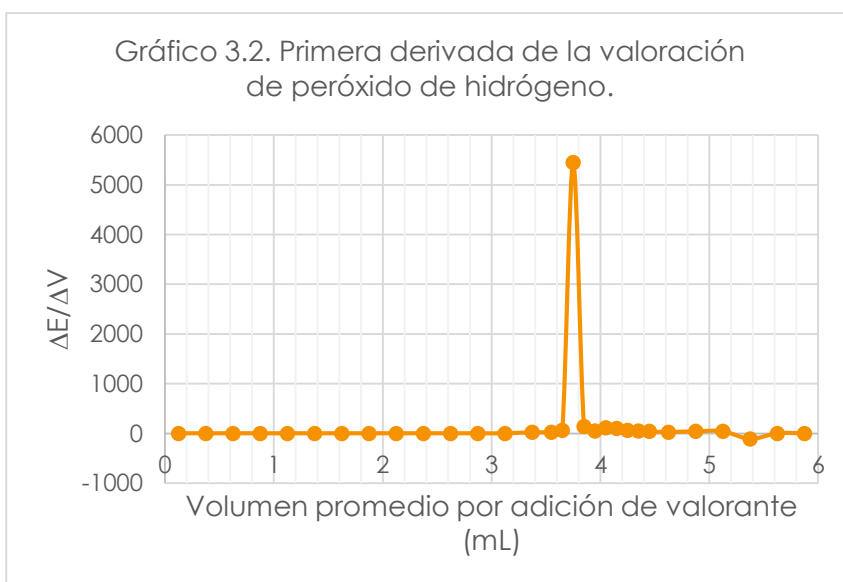
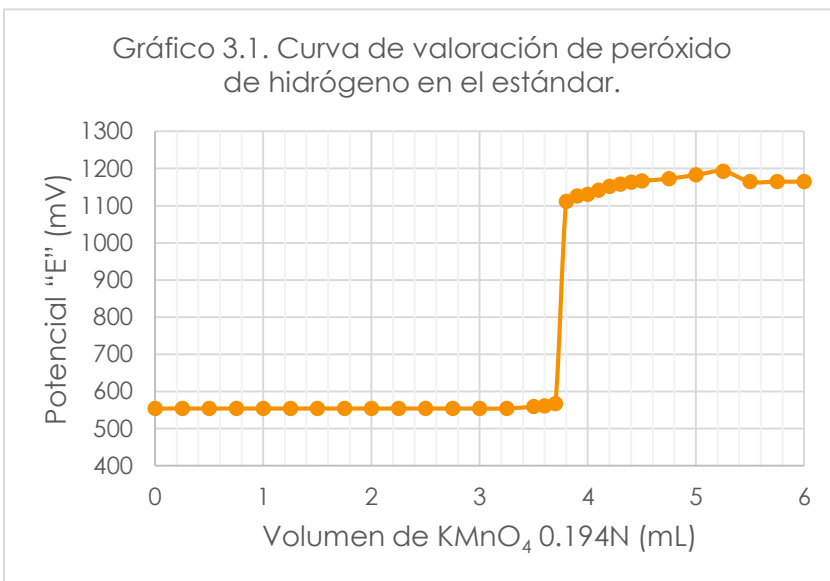




Tabla 4. Resultados Experimentales de la valoración convencional del estándar de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	4 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	537		
0.25	537	0.125	0
0.5	537	0.375	0
0.75	537	0.625	0
1	537	0.875	0
1.25	537	1.125	0
1.5	537	1.375	0
1.75	537	1.625	0
2	537	1.875	0
2.25	537	2.125	0
2.5	538	2.375	4
2.75	537	2.625	-4
3	537	2.875	0
3.25	537	3.125	0
3.5	541	3.375	16
3.6	556	3.55	150
3.7	559	3.65	30
3.8	1001	3.75	4420
3.9	1045	3.85	440
4	1101	3.95	560
4.1	1125	4.05	240
4.2	1172	4.15	470
4.3	1187	4.25	150
4.4	1194	4.35	70
4.5	1199	4.45	50
4.75	1202	4.625	12
5	1185	4.875	-68
5.25	1185	5.125	0
5.5	1180	5.375	-20
5.75	1180	5.625	0
6	1180	5.875	0

Gráfico 4.1. Curva de valoración de peróxido de hidrógeno en el estándar.

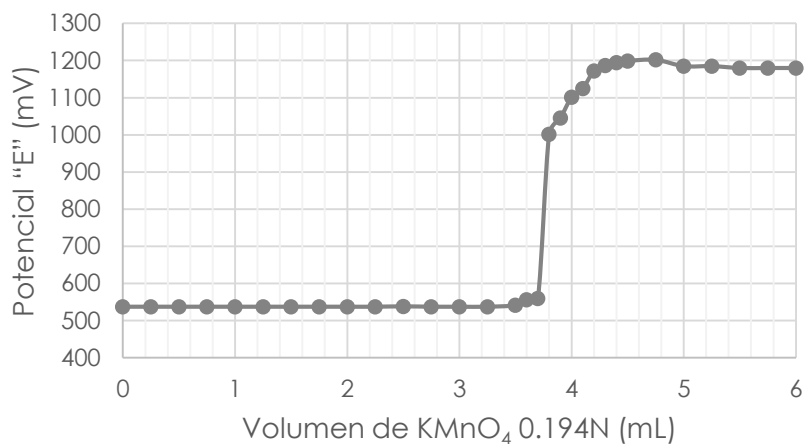


Gráfico 4.2. Primera derivada de la valoración de peróxido de hidrógeno.

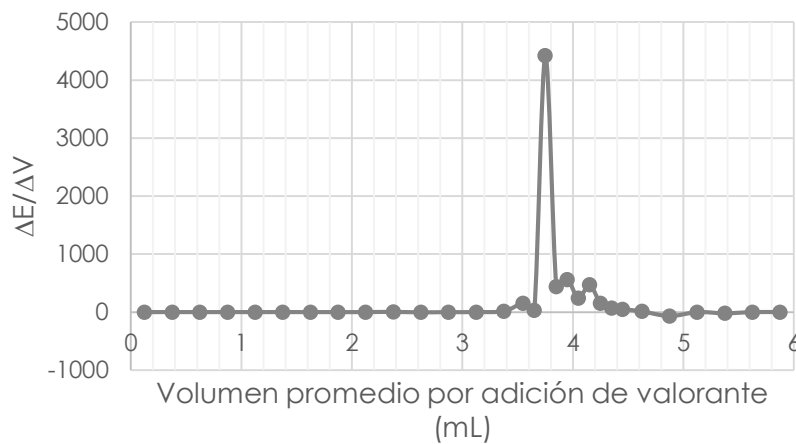




Tabla 5. Resultados Experimentales de la valoración convencional del estándar de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	5 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	544		
0.25	545	0.125	4
0.5	545	0.375	0
0.75	545	0.625	0
1	545	0.875	0
1.25	545	1.125	0
1.5	545	1.375	0
1.75	545	1.625	0
2	545	1.875	0
2.25	545	2.125	0
2.5	548	2.375	12
2.75	548	2.625	0
3	548	2.875	0
3.25	548	3.125	0
3.5	548	3.375	0
3.6	559	3.55	110
3.7	562	3.65	30
3.8	1005	3.75	4430
3.9	1038	3.85	330
4	1075	3.95	370
4.1	1085	4.05	100
4.2	1095	4.15	100
4.3	1110	4.25	150
4.4	1120	4.35	100
4.5	1131	4.45	110
4.75	1138	4.625	28
5	1145	4.875	28
5.25	1151	5.125	24
5.5	1165	5.375	56
5.75	1160	5.625	-20
6	1158	5.875	-8

Gráfico 5.1. Curva de valoración de peróxido de hidrógeno en el estándar.

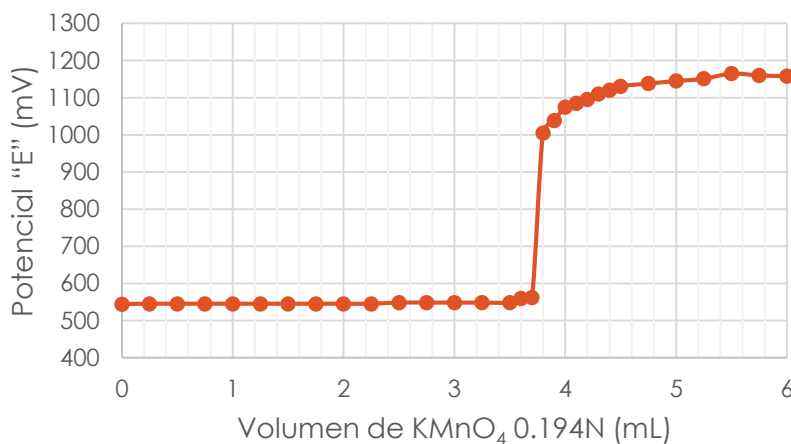


Gráfico 5.2. Primera derivada de la valoración de peróxido de hidrógeno.





Resultados de la solución tópica

Tabla 6. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	i mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	552		
0.25	560	0.125	32
0.5	562	0.375	8
0.75	564	0.625	8
1	565	0.875	4
1.25	567	1.125	8
1.5	568	1.375	4
1.75	568	1.625	0
2	568	1.875	0
2.25	568	2.125	0
2.5	570	2.375	8
2.75	570	2.625	0
3	570	2.875	0
3.1	572	3.050	20
3.2	572	3.150	0
3.3	572	3.250	0
3.4	576	3.350	40
3.5	576	3.450	0
3.6	578	3.550	20
3.7	584	3.650	60
3.8	1055	3.750	4710
3.9	1085	3.850	300
4	1100	3.950	150
4.25	1111	4.125	44
4.5	1117	4.375	24
4.75	1130	4.625	52
5	1142	4.875	48
5.25	1150	5.125	32
5.5	1156	5.375	24
5.75	1159	5.625	12
6	1161	5.875	8

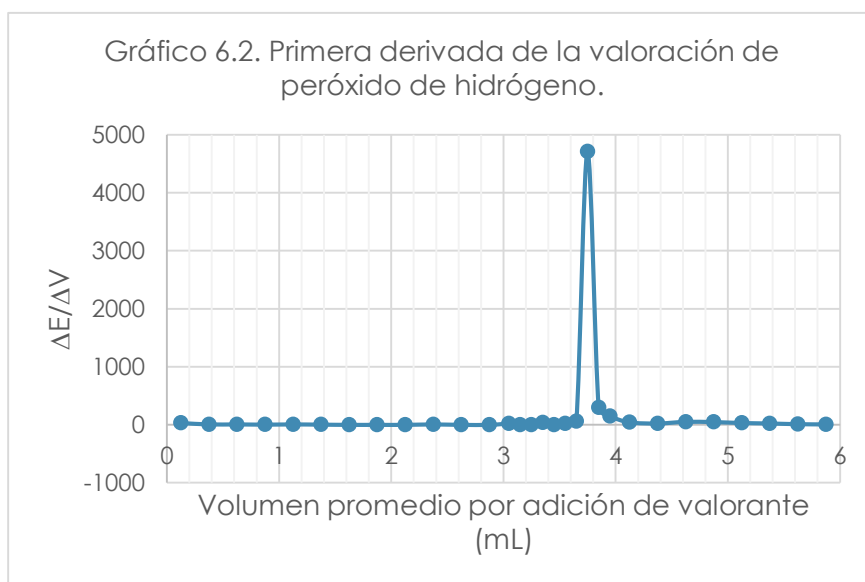
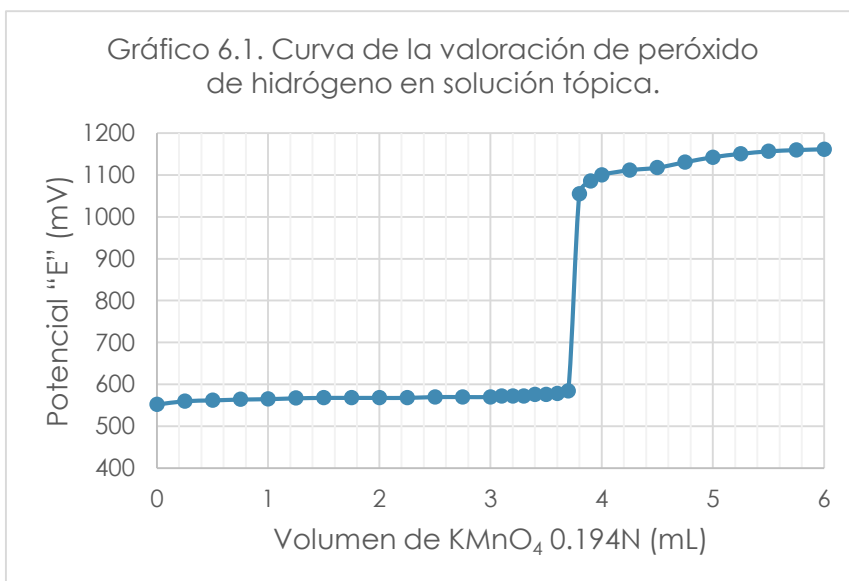




Tabla 7. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	2 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	544		
0.25	548	0.125	16
0.5	548	0.375	0
0.75	548	0.625	0
1	551	0.875	12
1.25	551	1.125	0
1.5	551	1.375	0
1.75	551	1.625	0
2	551	1.875	0
2.25	553	2.125	8
2.5	554	2.375	4
2.75	557	2.625	12
3	558	2.875	4
3.1	558	3.050	0
3.2	557	3.150	-10
3.3	558	3.250	10
3.4	560	3.350	20
3.5	563	3.450	30
3.6	570	3.550	70
3.7	575	3.650	50
3.8	1087	3.750	5120
3.9	1120	3.850	330
4	1136	3.950	160
4.25	1149	4.125	52
4.5	1163	4.375	56
4.75	1179	4.625	64
5	1165	4.875	-56
5.25	1163	5.125	-8
5.5	1163	5.375	0
5.75	1165	5.625	8
6	1167	5.875	8

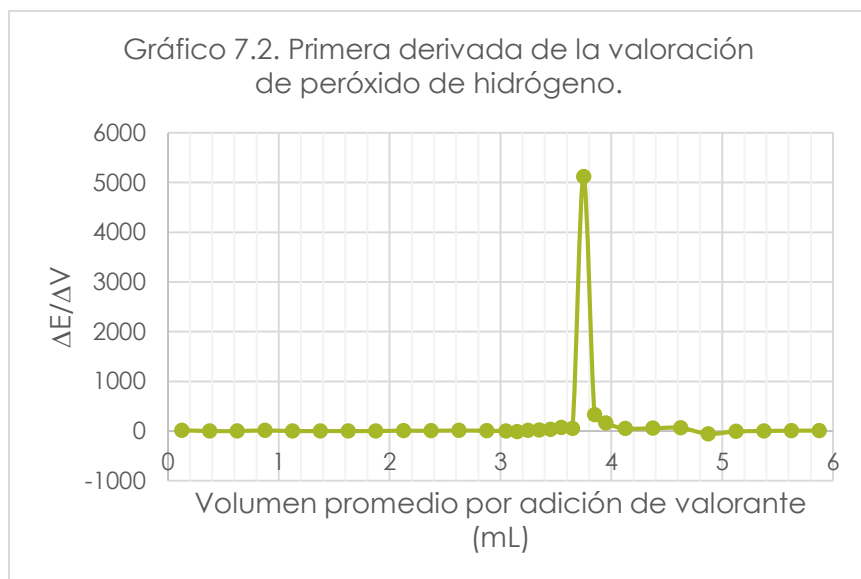
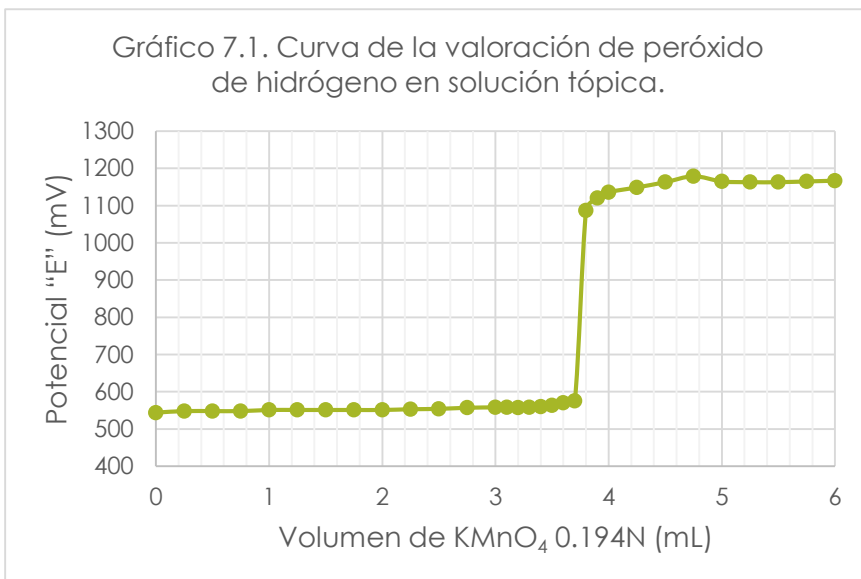




Tabla 8. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	3 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	548		
0.25	548	0.125	0
0.5	554	0.375	24
0.75	554	0.625	0
1	554	0.875	0
1.25	558	1.125	16
1.5	559	1.375	4
1.75	559	1.625	0
2	563	1.875	16
2.25	565	2.125	8
2.5	565	2.375	0
2.75	568	2.625	12
3	572	2.875	16
3.1	570	3.050	-20
3.2	570	3.150	0
3.3	573	3.250	30
3.4	573	3.350	0
3.5	575	3.450	20
3.6	580	3.550	50
3.7	578	3.650	-20
3.8	998	3.750	4200
3.9	1072	3.850	740
4	1100	3.950	280
4.25	1101	4.125	4
4.5	1119	4.375	72
4.75	1131	4.625	48
5	1140	4.875	36
5.25	1149	5.125	36
5.5	1155	5.375	24
5.75	1152	5.625	-12
6	1154	5.875	8

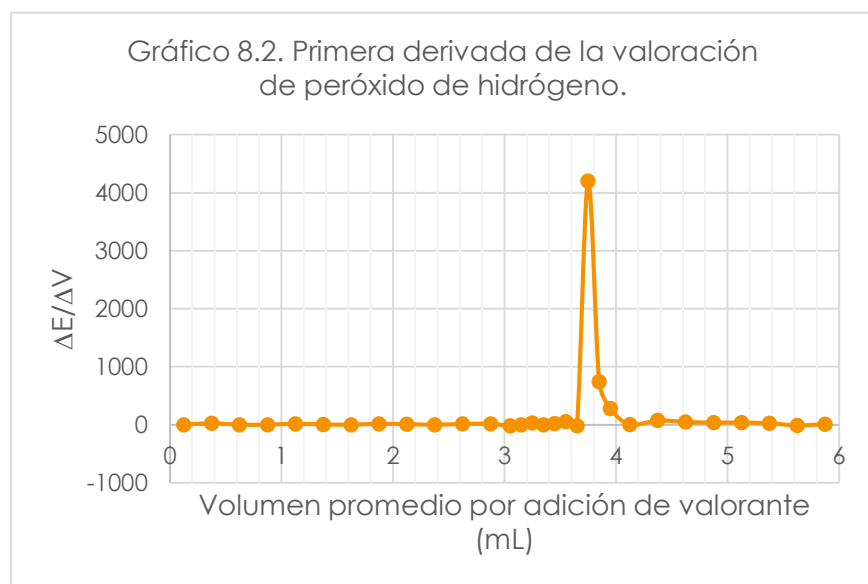
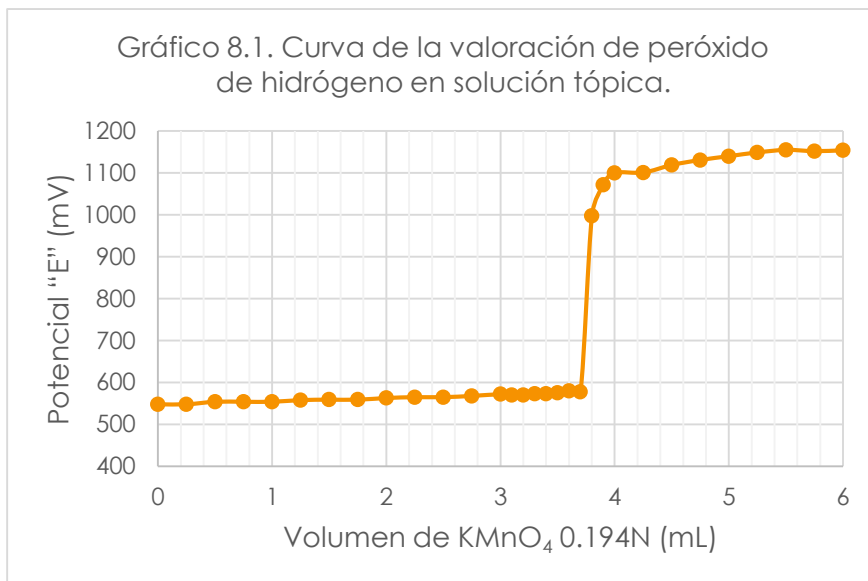




Tabla 9. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	4 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	539		
0.25	535	0.125	-16
0.5	538	0.375	12
0.75	542	0.625	16
1	542	0.875	0
1.25	542	1.125	0
1.5	547	1.375	20
1.75	548	1.625	4
2	549	1.875	4
2.25	551	2.125	8
2.5	553	2.375	8
2.75	553	2.625	0
3	553	2.875	0
3.1	555	3.050	20
3.2	557	3.150	20
3.3	558	3.250	10
3.4	558	3.350	0
3.5	564	3.450	60
3.6	568	3.550	40
3.7	571	3.650	30
3.8	1081	3.750	5100
3.9	1095	3.850	140
4	1110	3.950	150
4.25	1119	4.125	36
4.5	1128	4.375	36
4.75	1138	4.625	40
5	1145	4.875	28
5.25	1151	5.125	24
5.5	1158	5.375	28
5.75	1163	5.625	20
6	1165	5.875	8

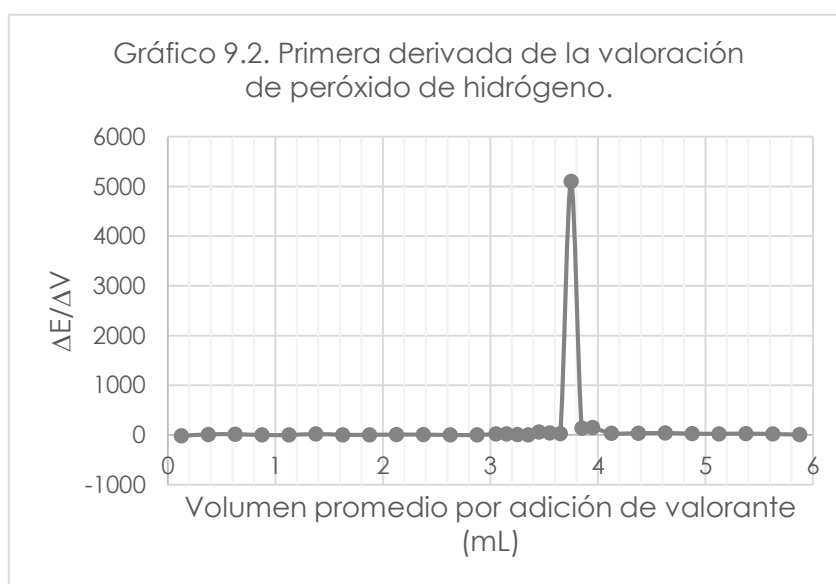
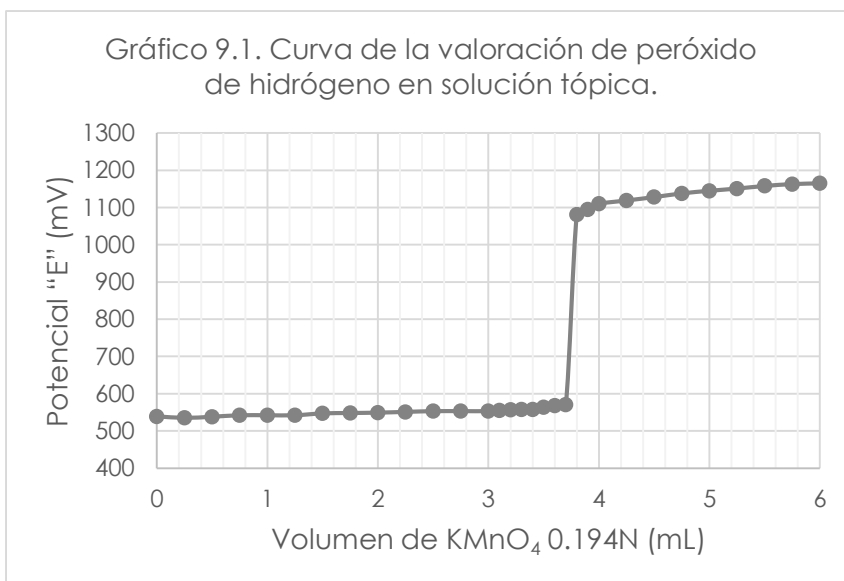




Tabla 10. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	5 mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	541		
0.25	545	0.125	16
0.5	543	0.375	-8
0.75	543	0.625	0
1	543	0.875	0
1.25	543	1.125	0
1.5	543	1.375	0
1.75	543	1.625	0
2	543	1.875	0
2.25	543	2.125	0
2.5	543	2.375	0
2.75	545	2.625	8
3	543	2.875	-8
3.1	548	3.050	50
3.2	548	3.150	0
3.3	551	3.250	30
3.4	551	3.350	0
3.5	552	3.450	10
3.6	551	3.550	-10
3.7	560	3.650	90
3.8	1055	3.750	4950
3.9	1069	3.850	140
4	1089	3.950	200
4.25	1099	4.125	40
4.5	1109	4.375	40
4.75	1118	4.625	36
5	1130	4.875	48
5.25	1135	5.125	20
5.5	1138	5.375	12
5.75	1139	5.625	4
6	1142	5.875	12

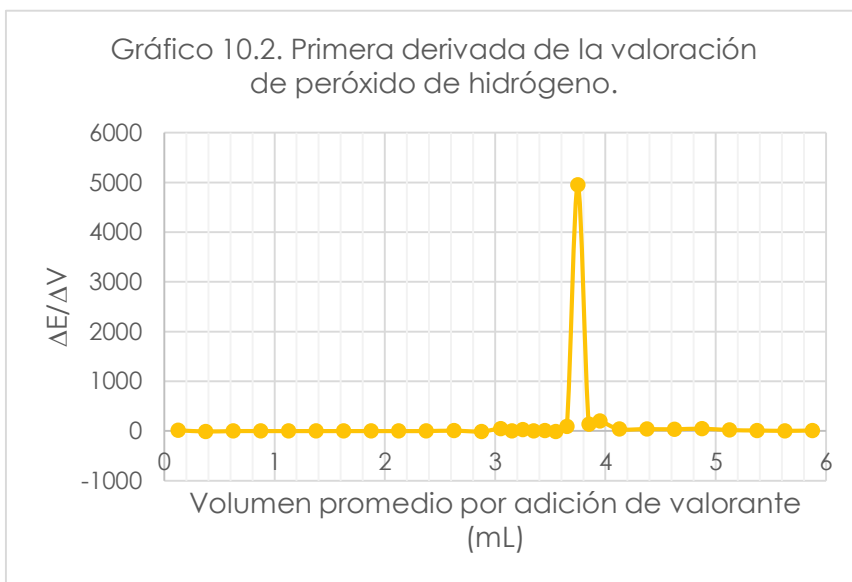
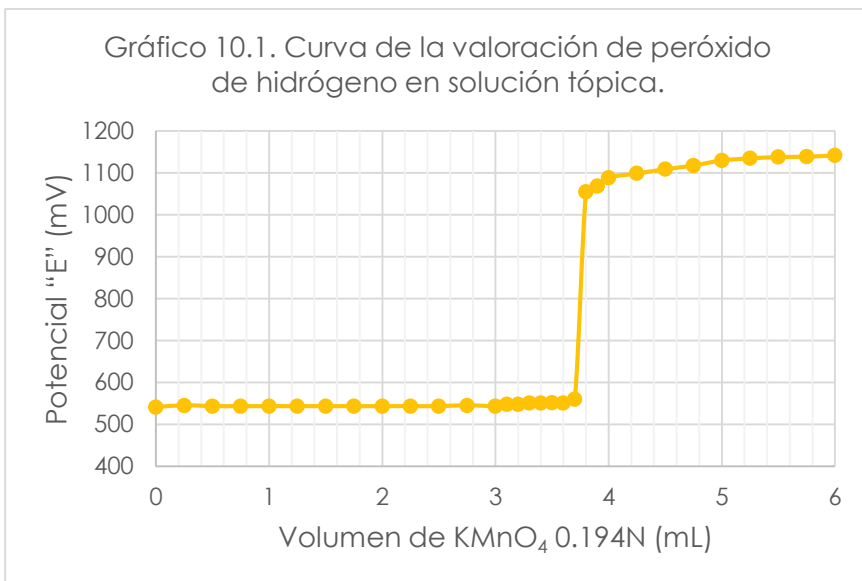




Tabla 11. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	E mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	553		
0.25	549	0.125	-16
0.5	548	0.375	-4
0.75	550	0.625	8
1	550	0.875	0
1.25	550	1.125	0
1.5	551	1.375	4
1.75	550	1.625	-4
2	550	1.875	0
2.25	550	2.125	0
2.5	550	2.375	0
2.75	550	2.625	0
3	550	2.875	0
3.1	552	3.050	20
3.2	552	3.150	0
3.3	552	3.250	0
3.4	552	3.350	0
3.5	554	3.450	20
3.6	558	3.550	40
3.7	570	3.650	120
3.8	1034	3.750	4640
3.9	1084	3.850	500
4	1124	3.950	400
4.25	1154	4.125	120
4.5	1160	4.375	24
4.75	1168	4.625	32
5	1171	4.875	12
5.25	1179	5.125	32
5.5	1182	5.375	12
5.75	1184	5.625	8
6	1186	5.875	8

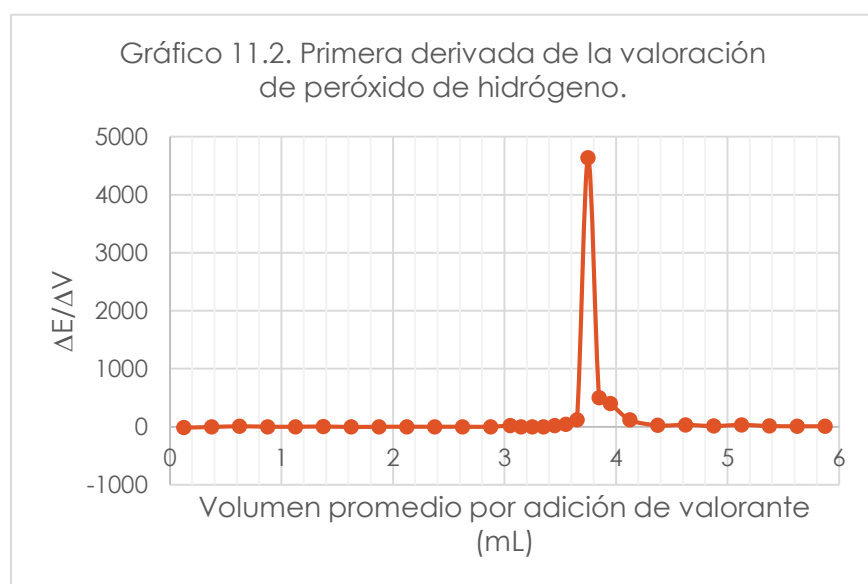
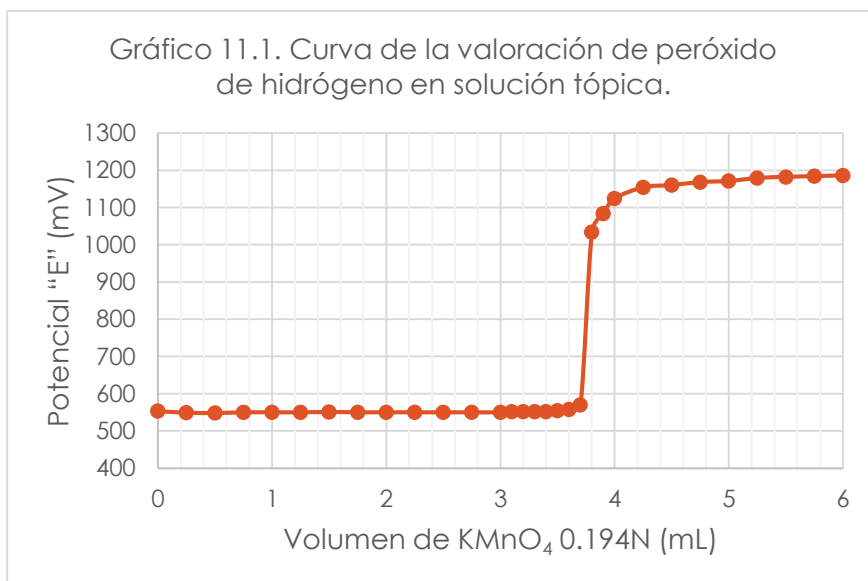




Tabla 12. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	E mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	538		
0.25	537	0.125	-4
0.5	537	0.375	0
0.75	537	0.625	0
1	537	0.875	0
1.25	537	1.125	0
1.5	537	1.375	0
1.75	539	1.625	8
2	539	1.875	0
2.25	537	2.125	-8
2.5	538	2.375	4
2.75	541	2.625	12
3	541	2.875	0
3.1	541	3.050	0
3.2	541	3.150	0
3.3	540	3.250	-10
3.4	540	3.350	0
3.5	540	3.450	0
3.6	540	3.550	0
3.7	541	3.650	10
3.8	1015	3.750	4740
3.9	1090	3.850	750
4	1118	3.950	280
4.25	1131	4.125	52
4.5	1139	4.375	32
4.75	1142	4.625	12
5	1150	4.875	32
5.25	1151	5.125	4
5.5	1150	5.375	-4
5.75	1148	5.625	-8
6	1148	5.875	0

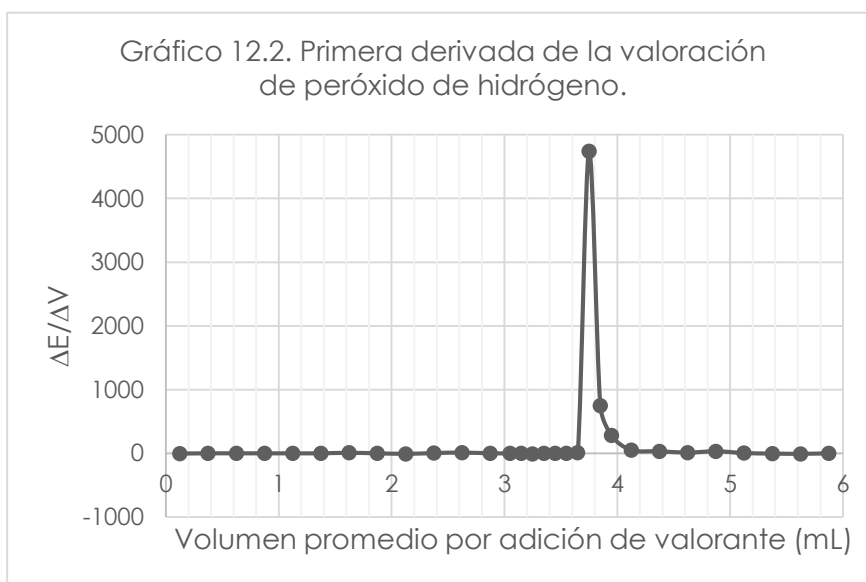
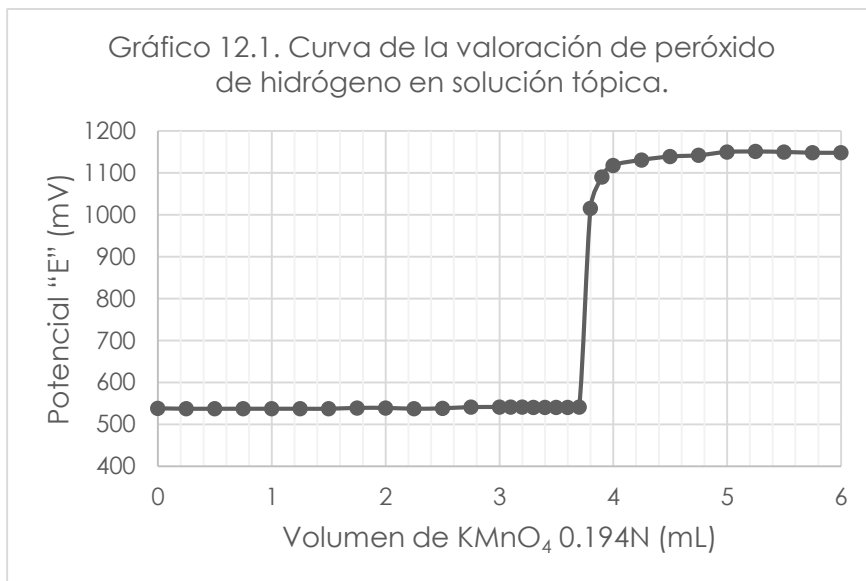




Tabla 13. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	δ mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	547		
0.25	545	0.125	-8
0.5	543	0.375	-8
0.75	543	0.625	0
1	543	0.875	0
1.25	543	1.125	0
1.5	543	1.375	0
1.75	543	1.625	0
2	544	1.875	4
2.25	543	2.125	-4
2.5	543	2.375	0
2.75	543	2.625	0
3	545	2.875	8
3.1	545	3.050	0
3.2	545	3.150	0
3.3	545	3.250	0
3.4	550	3.350	50
3.5	552	3.450	20
3.6	557	3.550	50
3.7	587	3.650	300
3.8	1091	3.750	5040
3.9	1117	3.850	260
4	1128	3.950	110
4.25	1128	4.125	0
4.5	1147	4.375	76
4.75	1154	4.625	28
5	1161	4.875	28
5.25	1169	5.125	32
5.5	1178	5.375	36
5.75	1181	5.625	12
6	1183	5.875	8

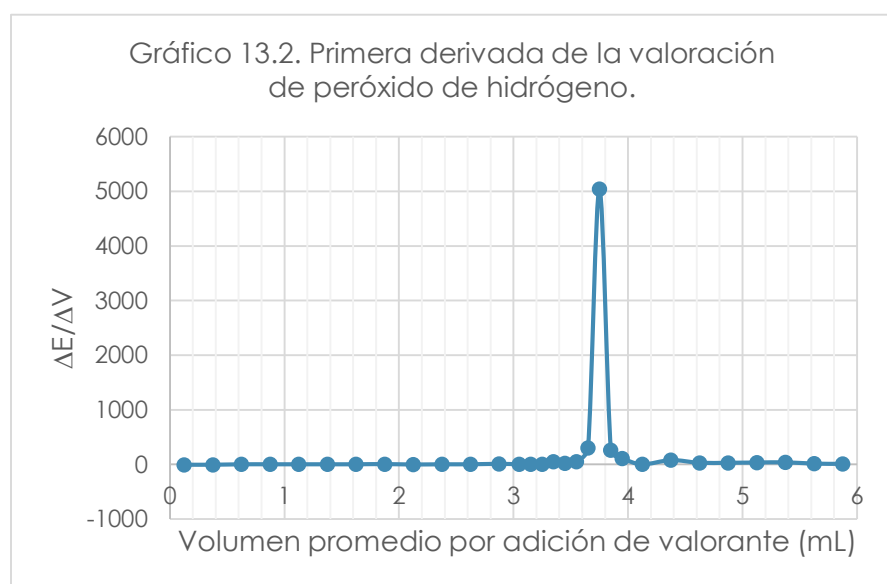
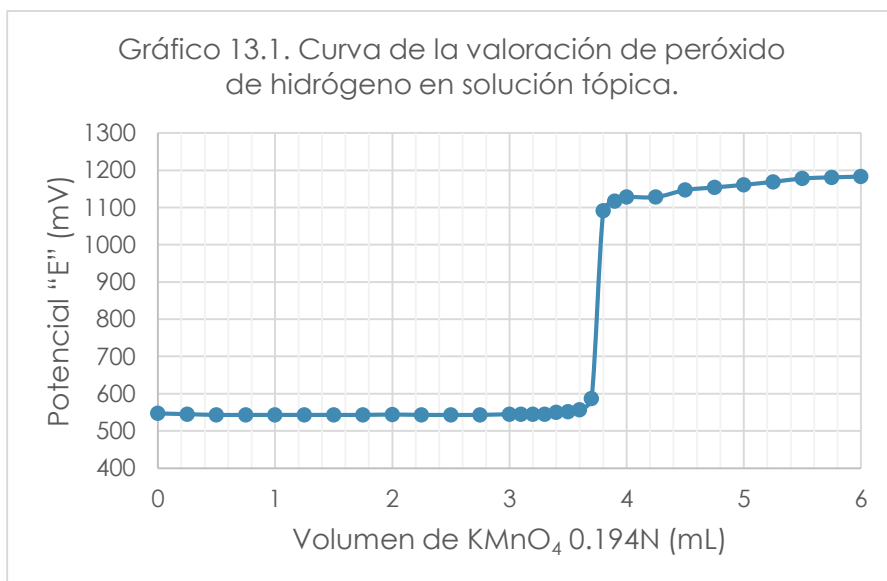




Tabla 14. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante mL	θ mV	Volumen promedio mL	$\Delta E/\Delta V$
0	561		
0.25	564	0.125	12
0.5	556	0.375	-32
0.75	551	0.625	-20
1	551	0.875	0
1.25	551	1.125	0
1.5	552	1.375	4
1.75	552	1.625	0
2	552	1.875	0
2.25	552	2.125	0
2.5	555	2.375	12
2.75	555	2.625	0
3	555	2.875	0
3.1	557	3.050	20
3.2	556	3.150	-10
3.3	556	3.250	0
3.4	558	3.350	20
3.5	558	3.450	0
3.6	561	3.550	30
3.7	569	3.650	80
3.8	1011	3.750	4420
3.9	1028	3.850	170
4	1035	3.950	70
4.25	1040	4.125	20
4.5	1044	4.375	16
4.75	1045	4.625	4
5	1045	4.875	0
5.25	1047	5.125	8
5.5	1048	5.375	4
5.75	1051	5.625	12
6	1051	5.875	0

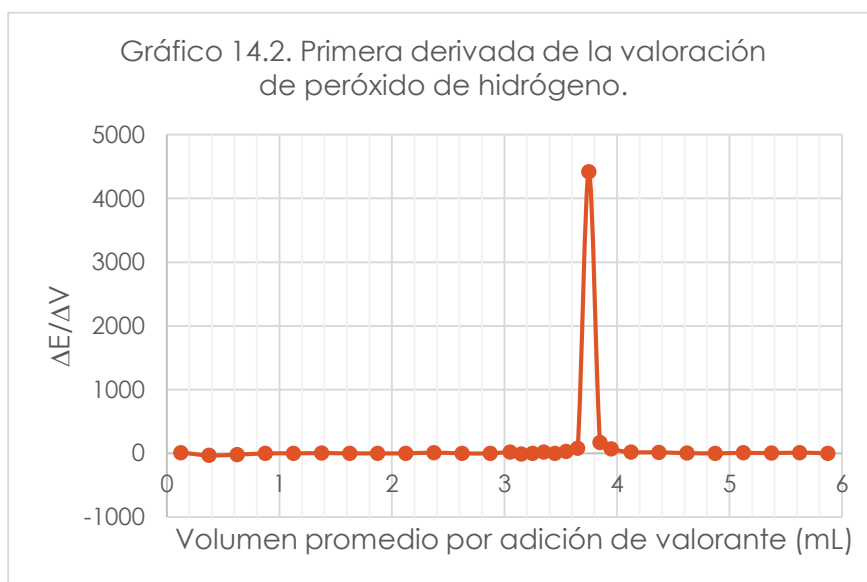
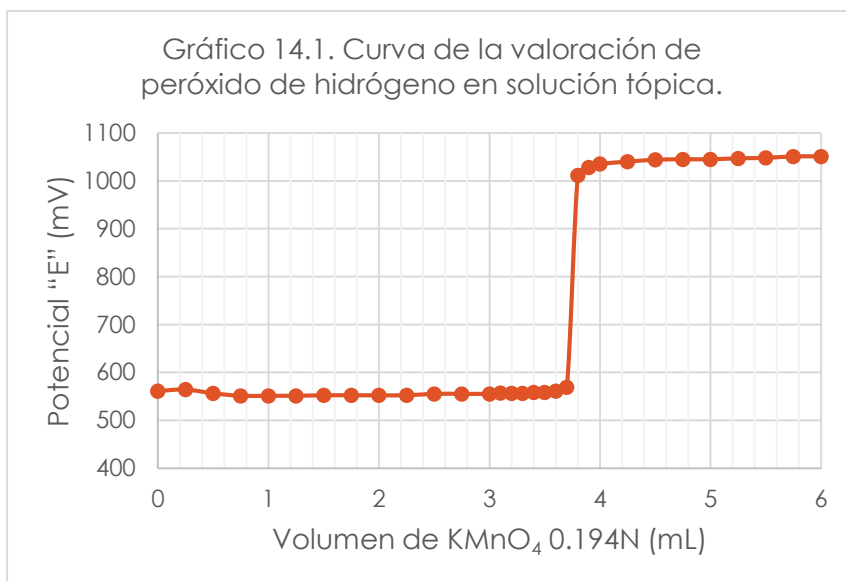
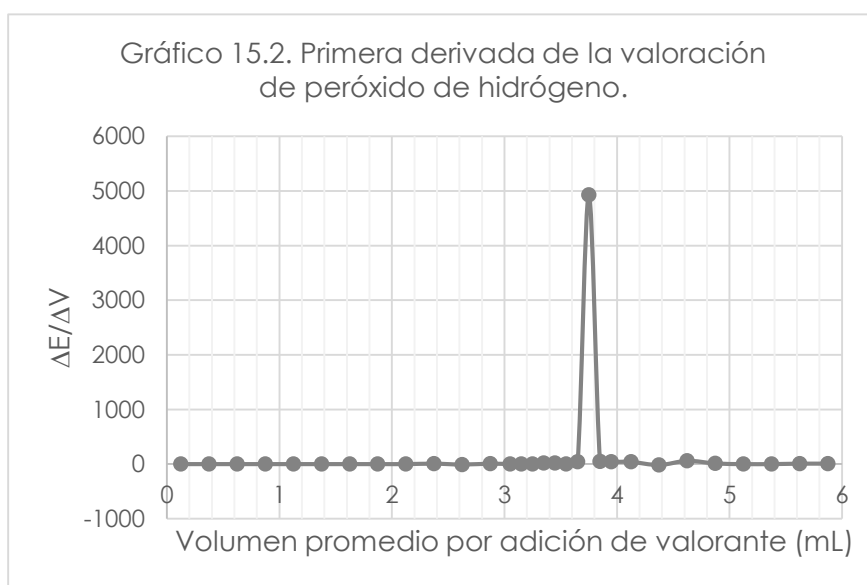
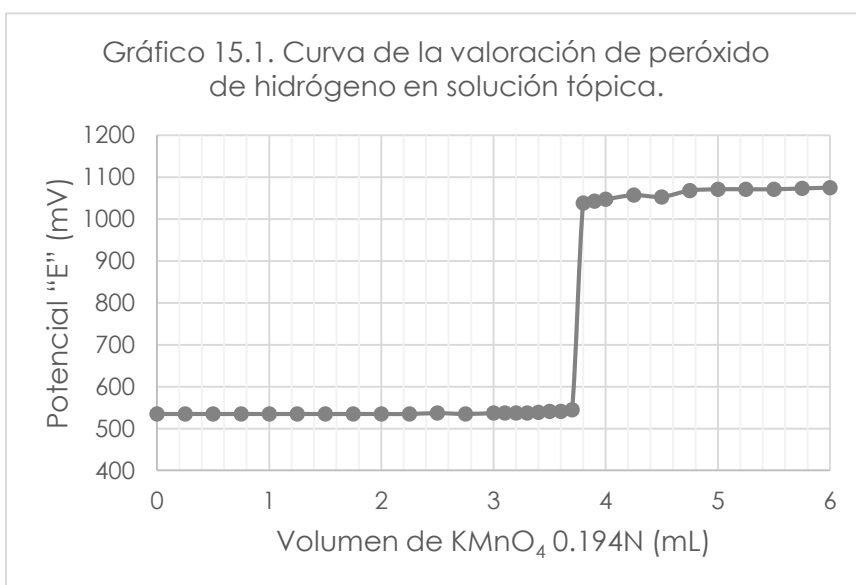




Tabla 15. Resultados Experimentales de la valoración convencional de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.194 N.

Volumen de valorante	10	Volumen promedio	$\Delta E/\Delta V$
mL	mV	mL	
0	535		
0.25	535	0.125	0
0.5	535	0.375	0
0.75	535	0.625	0
1	535	0.875	0
1.25	535	1.125	0
1.5	535	1.375	0
1.75	535	1.625	0
2	535	1.875	0
2.25	535	2.125	0
2.5	537	2.375	8
2.75	535	2.625	-8
3	537	2.875	8
3.1	537	3.050	0
3.2	537	3.150	0
3.3	537	3.250	0
3.4	539	3.350	20
3.5	541	3.450	20
3.6	541	3.550	0
3.7	545	3.650	40
3.8	1038	3.750	4930
3.9	1043	3.850	50
4	1047	3.950	40
4.25	1057	4.125	40
4.5	1053	4.375	-16
4.75	1068	4.625	60
5	1071	4.875	12
5.25	1071	5.125	0
5.5	1071	5.375	0
5.75	1073	5.625	8
6	1075	5.875	8





Resultados de ultramicrovaloraciones

Tabla 16. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	E mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	506		
4	532	2	6.5
8	528	6	-1
12	526	10	-0.5
16	527	14	0.25
20	527	18	0
24	531	22	1
28	533	26	0.5
32	538	30	1.25
36	541	34	0.75
40	547	38	1.5
44	586	42	9.75
48	851	46	66.25
52	946	50	23.75
56	965	54	4.75
60	981	58	4
64	995	62	3.5
68	999	66	1
72	1006	70	1.75
76	1014	74	2
80	1020	78	1.5
84	1029	82	2.25
88	1035	86	1.5
92	1039	90	1
96	1045	94	1.5
100	1048	98	0.75

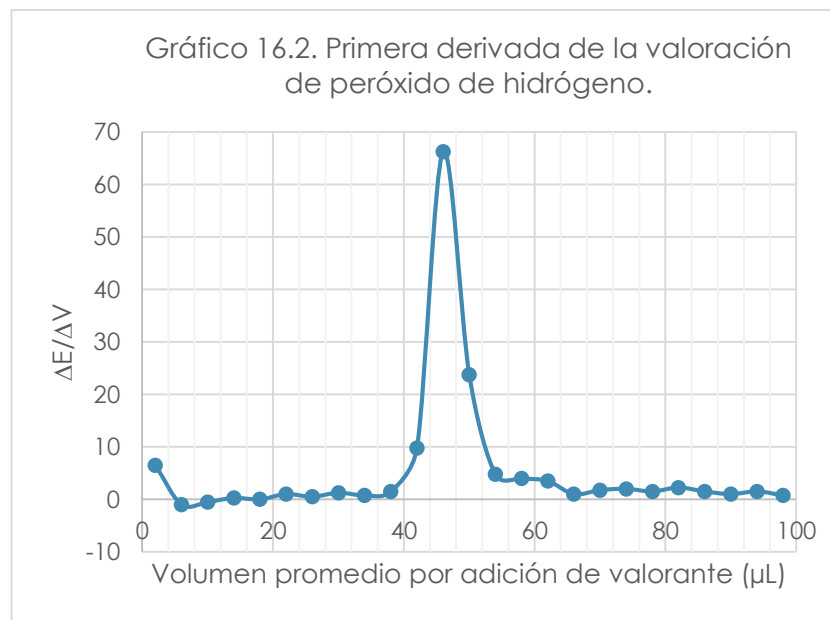
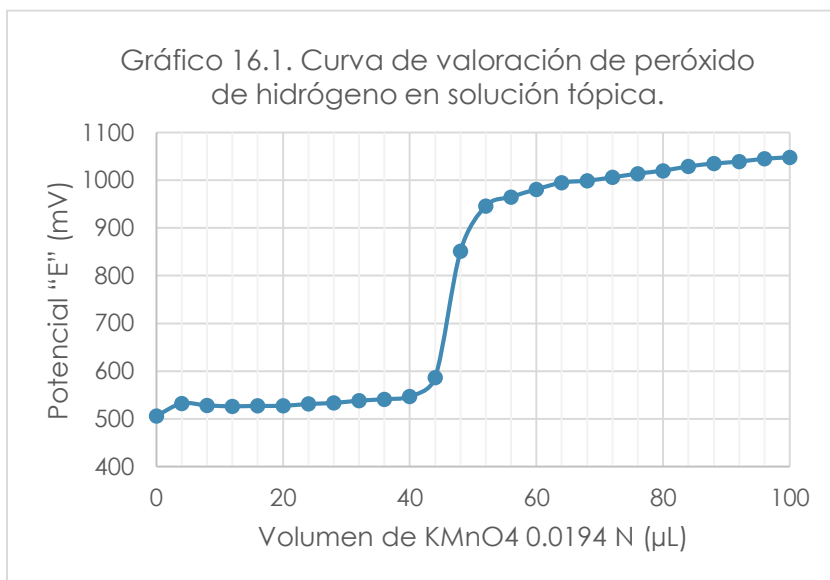




Tabla 17. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	2 mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	610		
4	604	2	-1.5
8	603	6	-0.25
12	597	10	-1.5
16	596	14	-0.25
20	595	18	-0.25
24	593	22	-0.5
28	591	26	-0.5
32	590	30	-0.25
36	595	34	1.25
40	600	38	1.25
44	618	42	4.5
48	946	46	82
52	964	50	4.5
56	974	54	2.5
60	981	58	1.75
64	986	62	1.25
68	990	66	1
72	993	70	0.75
76	996	74	0.75
80	998	78	0.5
84	1000	82	0.5
88	1004	86	1
92	1008	90	1
96	1010	94	0.5
100	1012	98	0.5

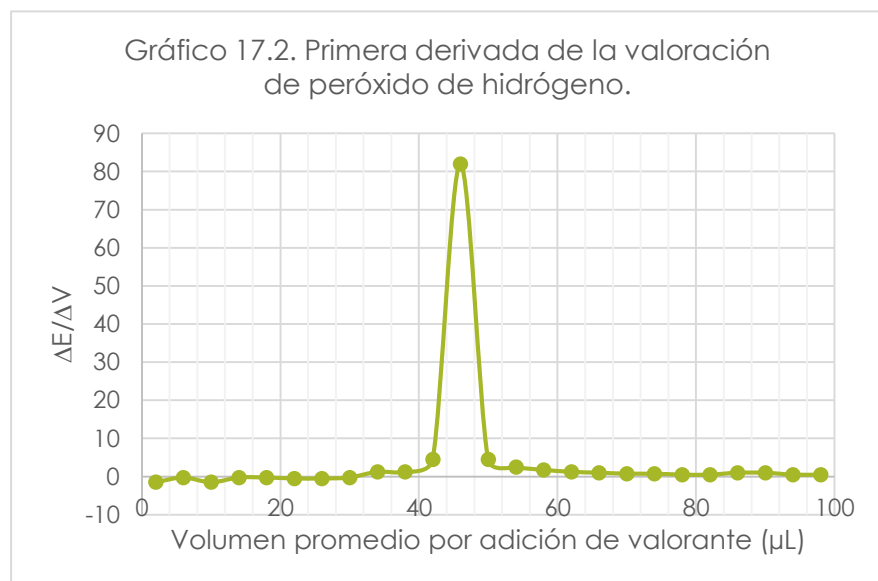
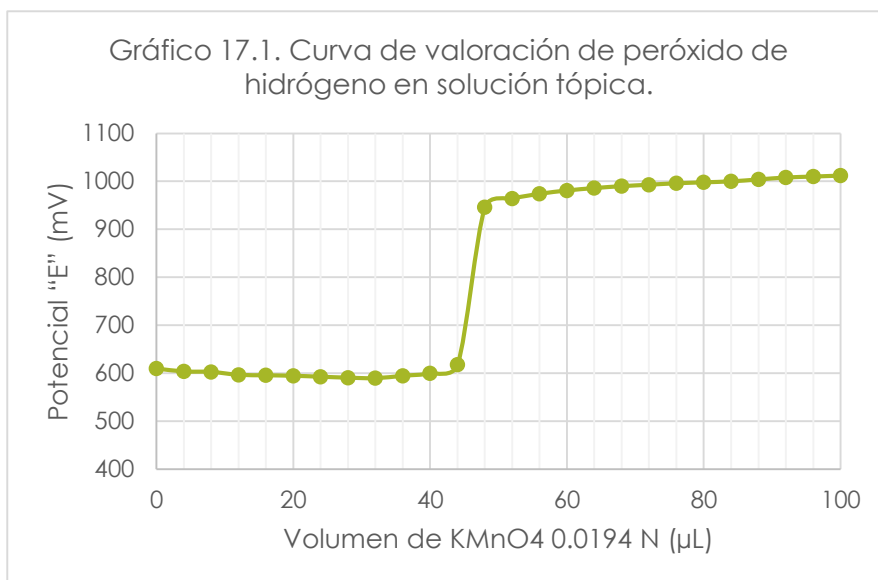




Tabla 18. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	3 mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	548		
4	549	2	0.25
8	549	6	0
12	550	10	0.25
16	550	14	0
20	551	18	0.25
24	552	22	0.25
28	555	26	0.75
32	557	30	0.5
36	559	34	0.5
40	568	38	2.25
44	603	42	8.75
48	972	46	92.25
52	997	50	6.25
56	1010	54	3.25
60	1018	58	2
64	1022	62	1
68	1026	66	1
72	1029	70	0.75
76	1030	74	0.25
80	1030	78	0
84	1032	82	0.5
88	1034	86	0.5
92	1038	90	1
96	1039	94	0.25
100	1039	98	0

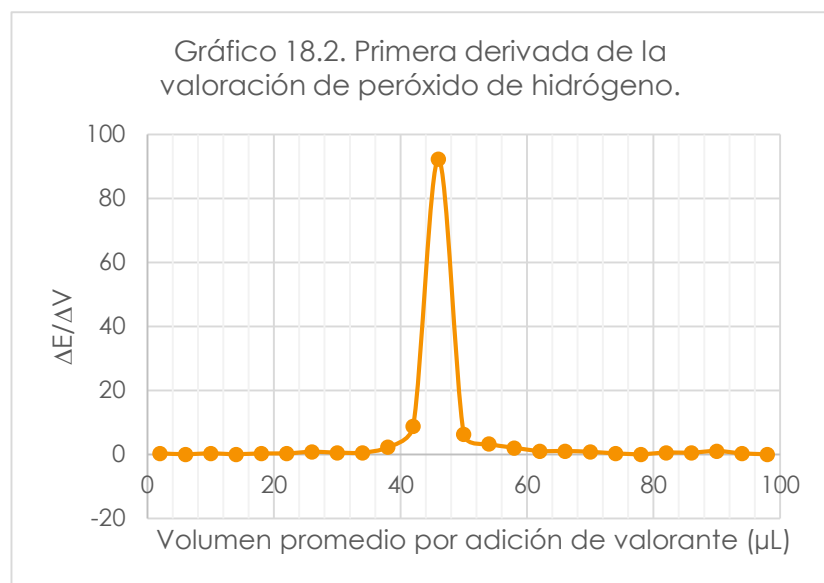
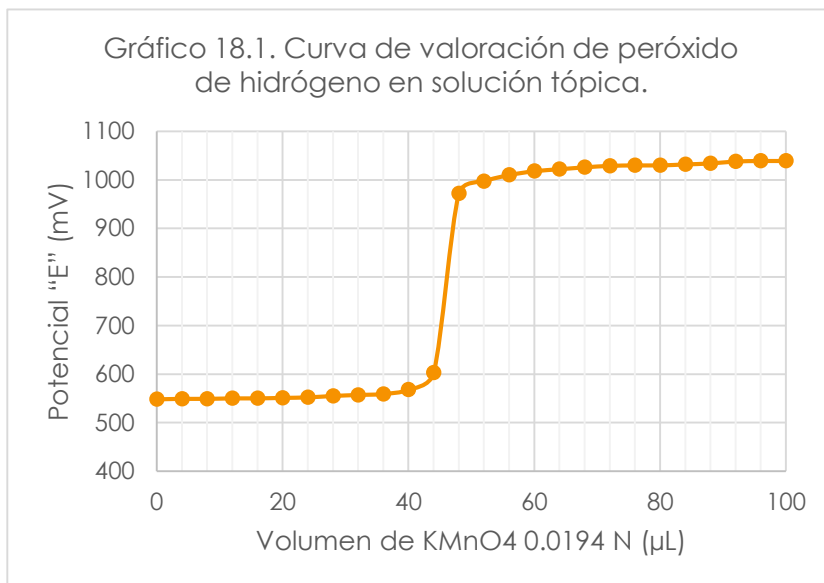




Tabla 19. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	4 mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	493		
4	497	2	1
8	493	6	-1
12	496	10	0.75
16	495	14	-0.25
20	499	18	1
24	499	22	0
28	498	26	-0.25
32	501	30	0.75
36	503	34	0.5
40	522	38	4.75
44	551	42	7.25
48	908	46	89.25
52	952	50	11
56	968	54	4
60	970	58	0.5
64	980	62	2.5
68	991	66	2.75
72	996	70	1.25
76	1000	74	1
80	1004	78	1
84	1009	82	1.25
88	1014	86	1.25
92	1017	90	0.75
96	1017	94	0
100	1021	98	1

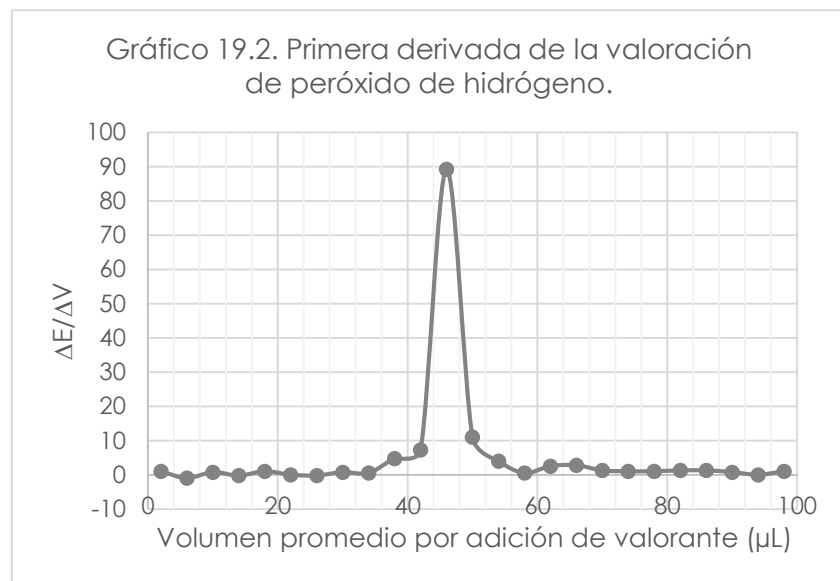
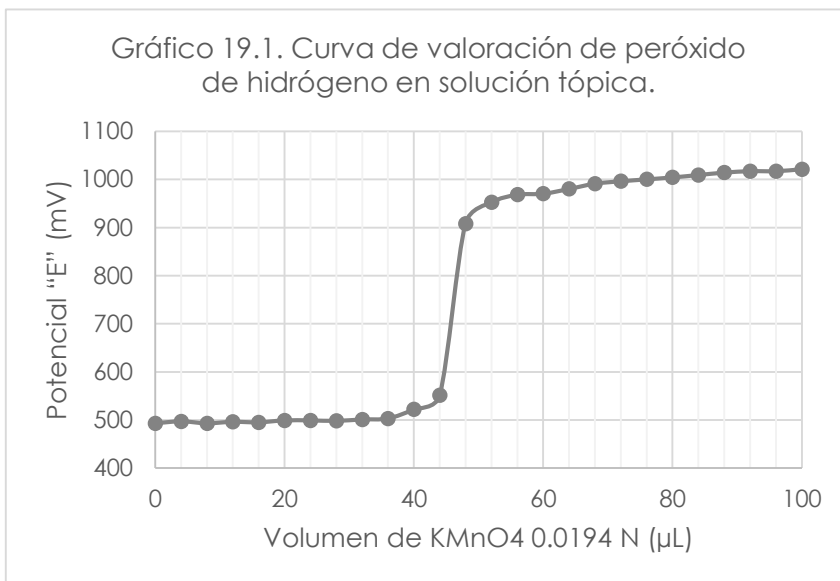




Tabla 20. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante	5	Volumen promedio	$\Delta E/\Delta V$
μL	mV	μL	
0	512		
4	509	2	-0.75
8	509	6	0
12	511	10	0.5
16	509	14	-0.5
20	509	18	0
24	509	22	0
28	509	26	0
32	508	30	-0.25
36	509	34	0.25
40	509	38	0
44	522	42	3.25
48	929	46	101.75
52	976	50	11.75
56	1003	54	6.75
60	1010	58	1.75
64	1014	62	1
68	1016	66	0.5
72	1023	70	1.75
76	1032	74	2.25
80	1034	78	0.5
84	1037	82	0.75
88	1039	86	0.5
92	1037	90	-0.5
96	1041	94	1
100	1043	98	0.5

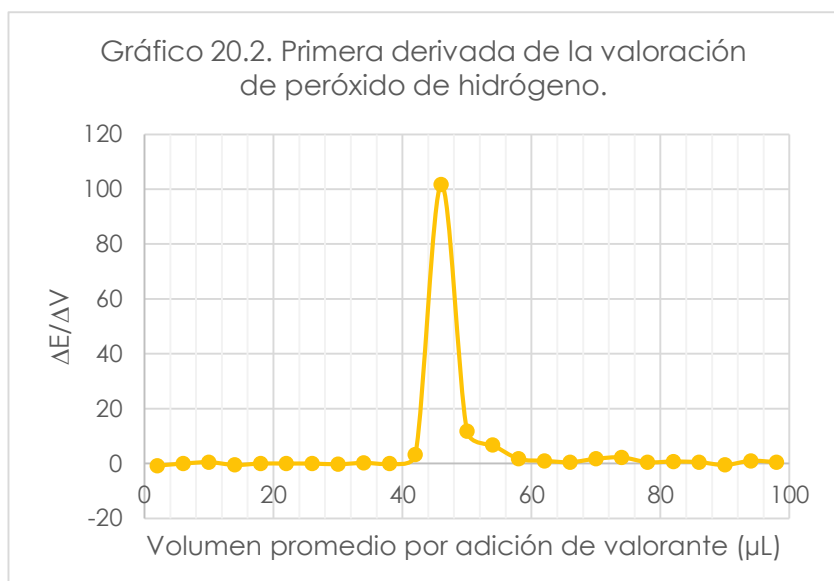
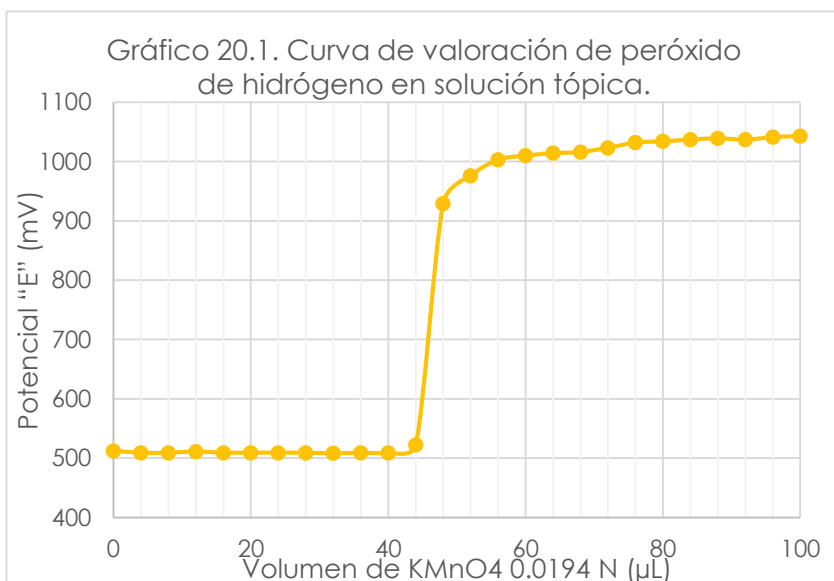




Tabla 21. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	E mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	632		
4	624	2	-2
8	623	6	-0.25
12	621	10	-0.5
16	619	14	-0.5
20	616	18	-0.75
24	613	22	-0.75
28	616	26	0.75
32	615	30	-0.25
36	626	34	2.75
40	627	38	0.25
44	668	42	10.25
48	918	46	62.5
52	991	50	18.25
56	995	54	1
60	1012	58	4.25
64	1019	62	1.75
68	1024	66	1.25
72	1026	70	0.5
76	1030	74	1
80	1031	78	0.25
84	1033	82	0.5
88	1035	86	0.5
92	1035	90	0
96	1037	94	0.5
100	1039	98	0.5

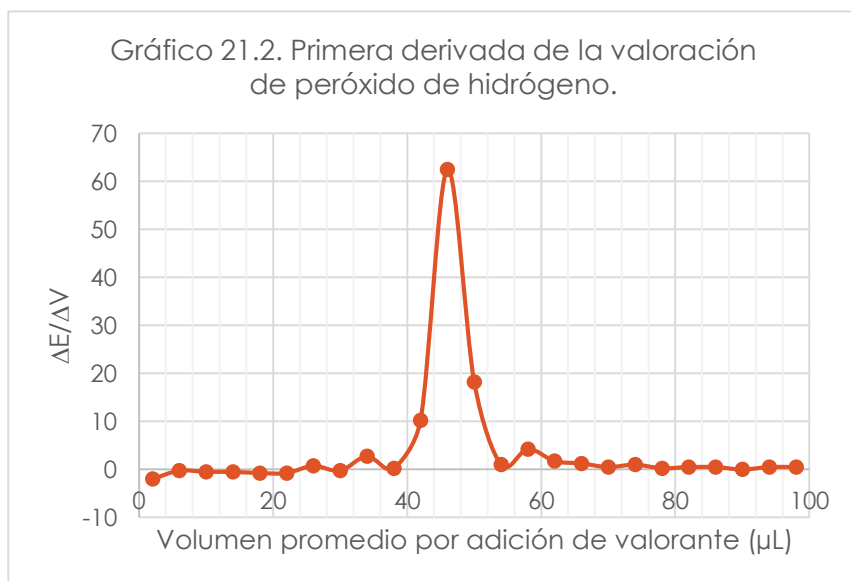
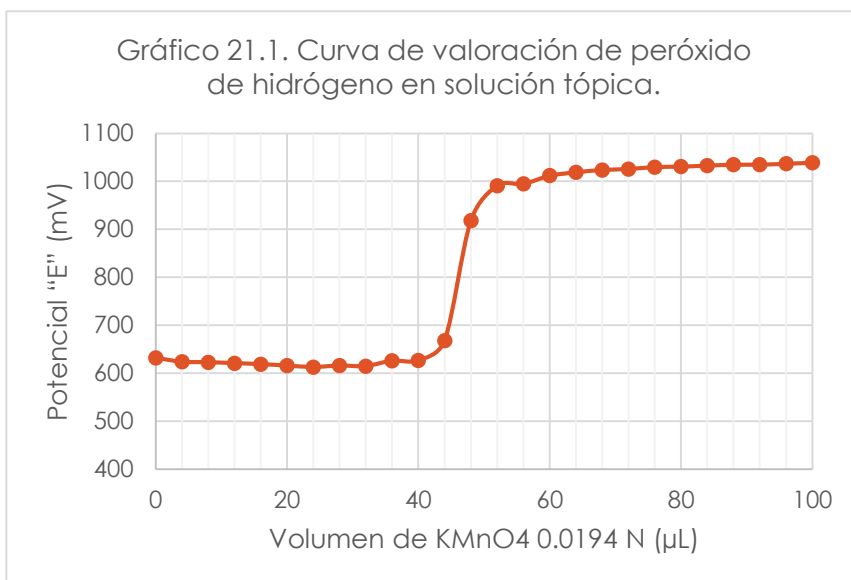




Tabla 22. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	γ mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	542		
4	535	2	-1.75
8	535	6	0
12	535	10	0
16	535	14	0
20	535	18	0
24	533	22	-0.5
28	533	26	0
32	531	30	-0.5
36	551	34	5
40	567	38	4
44	946	42	94.75
48	986	46	10
52	1005	50	4.75
56	1013	54	2
60	1019	58	1.5
64	1025	62	1.5
68	1034	66	2.25
72	1038	70	1
76	1044	74	1.5
80	1052	78	2
84	1060	82	2
88	1064	86	1
92	1066	90	0.5
96	1068	94	0.5
100	1070	98	0.5

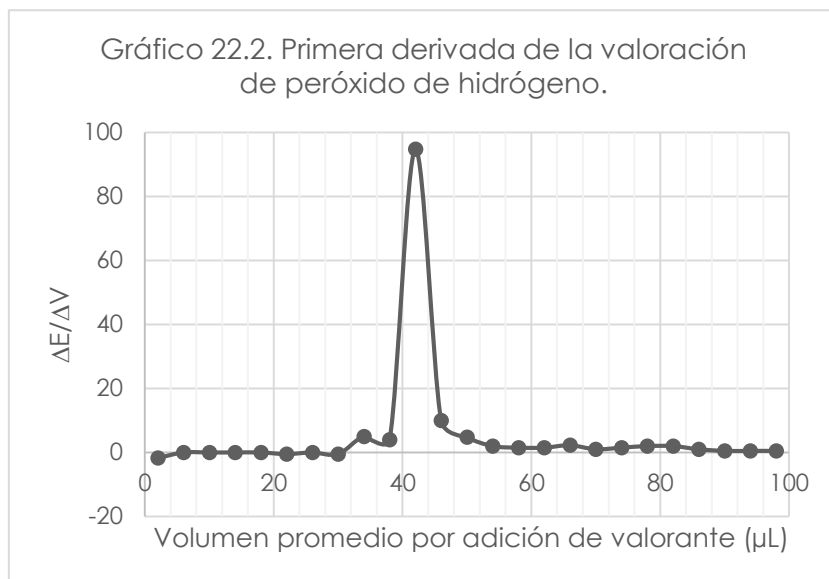
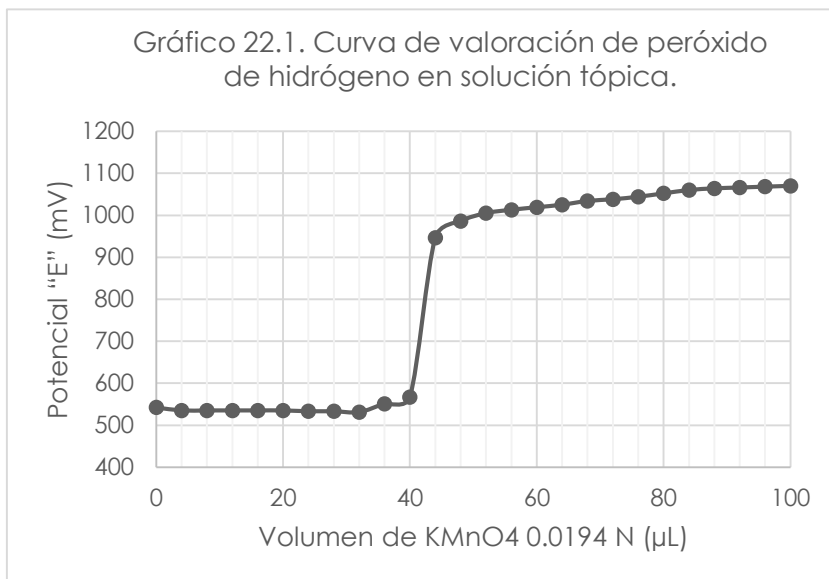




Tabla 23. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tópica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	δ mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	520		
4	519	2	-0.25
8	518	6	-0.25
12	518	10	0
16	517	14	-0.25
20	517	18	0
24	517	22	0
28	518	26	0.25
32	518	30	0
36	521	34	0.75
40	526	38	1.25
44	523	42	-0.75
48	999	46	119
52	1002	50	0.75
56	1010	54	2
60	1021	58	2.75
64	1029	62	2
68	1032	66	0.75
72	1043	70	2.75
76	1040	74	-0.75
80	1059	78	4.75
84	1066	82	1.75
88	1070	86	1
92	1073	90	0.75
96	1077	94	1
100	1079	98	0.5

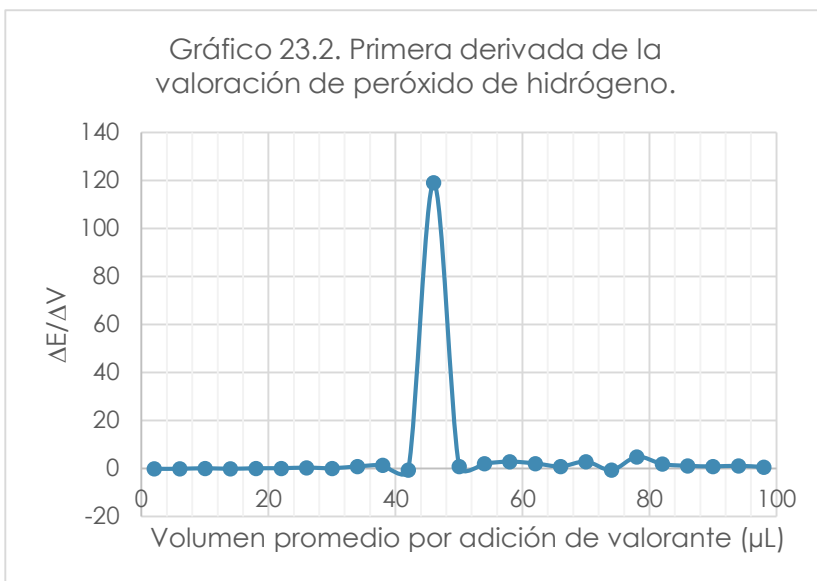
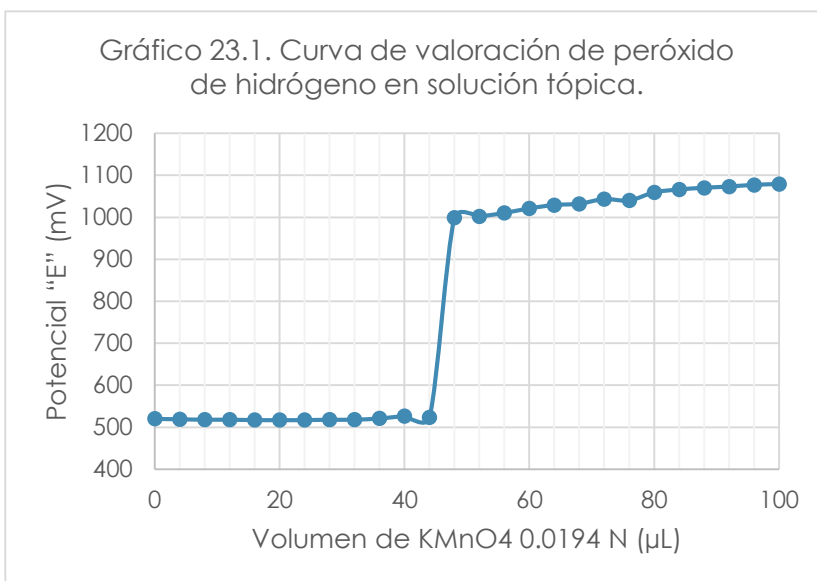




Tabla 24. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tónica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante μL	φ mV	Volumen promedio μL	$\Delta E/\Delta V$
0	617		
4	612	2	-1.25
8	612	6	0
12	608	10	-1
16	606	14	-0.5
20	602	18	-1
24	602	22	0
28	601	26	-0.25
32	610	30	2.25
36	598	34	-3
40	610	38	3
44	602	42	-2
48	955	46	88.25
52	987	50	8
56	1001	54	3.5
60	1007	58	1.5
64	1011	62	1
68	1018	66	1.75
72	1023	70	1.25
76	1029	74	1.5
80	1035	78	1.5
84	1050	82	3.75
88	1058	86	2
92	1068	90	2.5
96	1077	94	2.25
100	1079	98	0.5

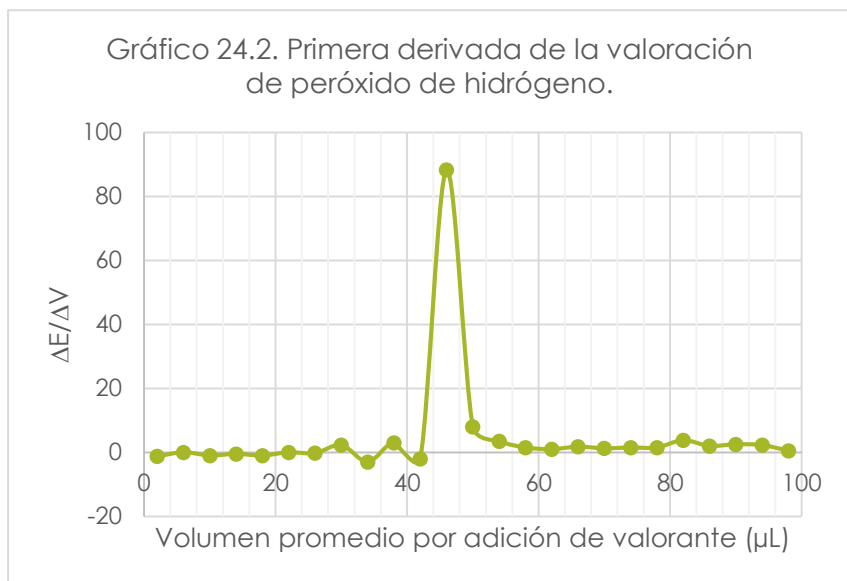
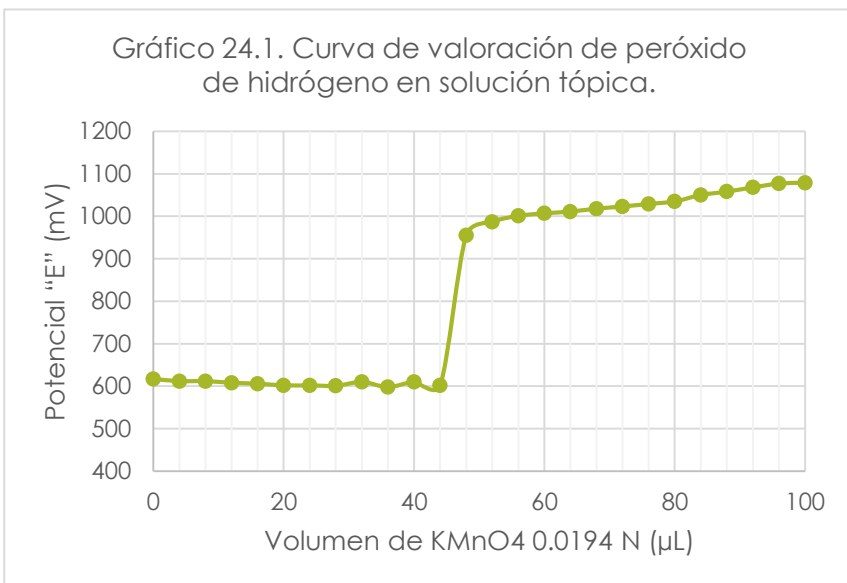




Tabla 25. Resultados Experimentales de la ultramicrovaloración de la solución tóxica de peróxido de hidrógeno, con permanganato de potasio 0.0194 N.

Volumen de valorante	10	Volumen promedio	$\Delta E/\Delta V$
μL	mV	μL	
0	563		
4	563	2	0
8	563	6	0
12	561	10	-0.5
16	559	14	-0.5
20	561	18	0.5
24	564	22	0.75
28	563	26	-0.25
32	560	30	-0.75
36	563	34	0.75
40	563	38	0
44	570	42	1.75
48	917	46	86.75
52	927	50	2.5
56	967	54	10
60	974	58	1.75
64	976	62	0.5
68	985	66	2.25
72	987	70	0.5
76	995	74	2
80	1001	78	1.5
84	1024	82	5.75
88	1036	86	3
92	1054	90	4.5
96	1064	94	2.5
100	1068	98	1

