



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES DE EXTRACCIÓN DE HIERRO  
(III) EN UN MEDIO FOSFÓRICO CONCENTRADO CON UNA MEZCLA DE  
ÉTER ISOPROPÍLICO.

T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

LICENCIADO EN QUÍMICA INDUSTRIAL  
P R E S E N T A:

MIGUEL ANGEL PACHECO MORALES

ASESOR: M en C JUAN CARLOS RUEDA JACKSON



Universidad Nacional  
Autónoma de México



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

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

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

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

*A MIS PADRES*

*OCTAVIO PACHECO PÉREZ*

*JUANA MORALES MARTÍNEZ*

*DESDE MIS INICIOS SOY LO QUE SOY PORQUE ASÍ QUISIERON QUE FUERA.*

*CON UNA HUMILDAD, OFRENDA A SUS INCONTABLES DESVELOS, Y A SU LARGA CADENA DE SACRIFICIOS Y A SU PACIENTE ESPERA, CON EL DESEO DE QUE SE VEA CUMPLIDO SU CARO ANHELO.*

*CON CARIÑO, VENERACIÓN Y RESPETO, A ELLOS QUE HICIERON POSIBLE CON SU APOYO Y DIRECCIÓN, PARA PODER SEGUIR CON FUERZA Y EMPEÑO EL CAMINO DE LA VIDA PROFESIONAL.*

*ESTE ES SU FRUTO DE SU AHORRO, SACRIFICIO Y TRABAJO.*

*GRACIAS, POR SU GRAN AMOR Y CONFIANZA QUE ME HAN DADO.*

*A MI HERMANO*

*HECTOR PACHECO MORALES*

*QUE NUNCA SE DE POR VENCIDO, EL CAMINO ES LARGO PERO SATISFACTORIO.*

*A MIS TÍAS*

*MARTHA MORALES MARTÍNEZ, MARÍA SANTOS MORALES MARTÍNEZ, NICOLASA MORALES MARTÍNEZ Y DE MÁS TÍOS.*

*A MIS MAESTROS*

*QUE ME COADYUVARON ACADÉMICAMENTE CON SUS CONOCIMIENTOS Y AYUDARON A COMPLETAR MI FORMACIÓN PROFESIONAL.*

*A MI ASESOR*

*Me en C. JUAN CARLOS RUEDA JACKSON*

*GRACIAS A SU TIEMPO Y DEDICACIÓN,*

*GRACIAS POR AYUDARME A COMPLETAR LA ULTIMA ETAPA DE LA LICENCIATURA.*

*A MIS AMIGOS*

*DE AYER Y DE SIEMPRE.*

*SIN PALABRAS QUE ACORTAN EL SENTIMIENTO PORQUE PERFECTAMENTE SABEMOS LO QUE SENTIMOS RECÍPROCAMENTE.*

*RIGOBERTO ROMÁN MARTÍNEZ VEGA (CEJAS), HECTOR ADRIÁN AMARO RECILLAS (BEAVIS), DAVID ALEJANDRO ROMERO DÍAZ, SONIA JULIÁN DE LA CRUZ, KARINA SANDRE MEZA EDSON DEL TORO AVALOS (GANSO), RAÚL GONZÁLES VELÁSQUEZ, JOEL MARTÍNEZ, FÉLIX GONZÁLES GONZÁLES, RODOLFO FLORES RODRÍGUEZ (TAPA), IVAN GRANADOS IBARRA, ISRAEL BLANCO JIMENEZ (MOTA), JUDITH LUCIO CONTRERAS, OMAR TERRAZAS TERRAZAS (PUERCO), RODRIGO VIAN CARRIÓN (CHORISO), HECTOR COSS, CESAR PACHECO SALAZAR (GORDO), OMAR RIVERO LÓPEZ (HUARACHE).  
Y DEMÁS COMPAÑEROS QU ME HAN ACOMPAÑADO A LO LARGO DE MI VIDA ACADÉMICA.*

## ÍNDICE

1	<u>OBJETIVOS</u>	1
2	<u>INTRODUCCIÓN</u>	2
3	<u>ANTECEDENTES</u>	3
3.1	<u>CARACTERÍSTICAS DEL ÁCIDO FOSFÓRICO</u>	3
3.2	<u>USO DEL ÁCIDO FOSFÓRICO</u>	4
3.3	<u>EXTRACCIÓN LÍQUIDO – LÍQUIDO</u>	4
3.3.1	<u>MÉTODO DE REPRESENTACIÓN GRAFICA</u>	6
3.4	<u>FASE ORGÁNICA INMISCIBLE</u>	8
3.5	<u>FASE ACUOSA</u>	8
3.6	<u>EXTRACCIÓN DE SALES Y ÁCIDOS SOLVATADOS</u>	8
3.7	<u>EXTRACCIÓN CON ÉTERES</u>	8
3.8	<u>SINERGISMO</u>	8
3.9	<u>ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA</u>	9
3.10	<u>ATOMIZADOR DE FLAMA</u>	10
3.11	<u>TIPOS DE FLAMAS</u>	11
3.12	<u>LÁMPARAS DE CÁTODO HUECO</u>	12
3.13	<u>CURVAS DE CALIBRACIÓN</u>	13
3.14	<u>TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS</u>	14
3.15	<u>CLASIFICACIÓN DE LOS ELECTRODOS</u>	15
3.15.1	<u>ELECTRODOS DE PRIMERA CLASE</u>	15
3.15.2.1	<u>ELECTRODOS DE SEGUNDA CLASE</u>	15
3.15.3	<u>ELECTRODO DE TERCERA CLASE</u>	16
3.15.4	<u>ELECTRODO REDOX</u>	16
3.15.5	<u>ELECTRODOS DE MEMBRANA</u>	16
3.16	<u>LOCALIZACIÓN DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA</u>	17
3.17	<u>ELECCIÓN DE CONDICIONES EXPERIMENTALES</u>	18
4	<u>MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS</u>	20
5	<u>PARTE EXPERIMENTAL</u>	21
5.1	<u>DIAGRAMA DE FLUJO</u>	22
5.2	<u>METODOLOGÍA</u>	23
5.2.1	<u>PREPARACIÓN DE SOLUCIONES</u>	23
5.2.2	<u>PREPARACIÓN DE LAS MEZCLAS DE EXTRACCIÓN</u>	23
5.2.3	<u>PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE HIERRO</u>	25
5.2.4	<u>PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES PARA OBTENER LA CURVA DE CALIBRACIÓN DE HIERRO</u>	25
5.2.5	<u>DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO EN LA F.A</u>	26
5.2.6	<u>ESTANDARIZACIÓN DE NaOH</u>	27

5.2.7	<u>CUANTIFICACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO DE LAS FASES</u>	
	<u>ACUOSAS CON NaOH</u> .....	27
5.3	<u>RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS</u> .....	29
5.3.1	<u>MEZCLAS DE EXTRACCIÓN</u> .....	30
5.3.2	<u>CURVA DE CALIBRACIÓN</u> .....	32
5.3.3	<u>TABLA DE CUANTIFICACIÓN DE HIERRO</u> .....	33
5.3.4	<u>ESTANDARIZACIÓN DE SOSA</u> .....	35
5.3.5	<u>CUANTIFICACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO DE LAS FASES</u>	
	<u>ACUOSAS</u> .....	37
5.3.6	<u>CONSTANTES DE EXTRACCIÓN</u> .....	74
6	<u>CONCLUSIONES</u> .....	78
7	<u>BIBLIOGRAFÍA</u> .....	78

# OBJETIVOS

Determinar las constantes de extracción líquido-líquido de Fe (III) en un medio concentrado de ácido fosfórico con una mezcla orgánica.

Aplicar las fases de la extracción líquido-líquido utilizando tributil fosfato (TBP) al 5% en éter isopropílico y ácido fosfórico para extraer al Fe (III).

Utilizar el fundamento de la absorción atómica, preparando curvas de calibración de absorbancia vs. concentración para cuantificar el Fe (III) no extraído en fase inorgánica para evaluar la eficiencia de la extracción.

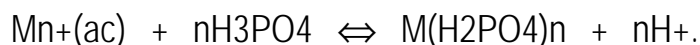
Aplicar la potenciometría para obtener curvas titulación ácido-base utilizando un potenciómetro con electrodo combinado de pH para determinar la concentración del ácido fosfórico.

## 2 INTRODUCCIÓN

En el cálculo de constantes de distribución líquido-líquido se emplean metodologías simples como relacionar la composición en peso extraída en la fase orgánica con respecto a la fase acuosa (Feki y Ayedi, 1998), otras como relacionar la concentración molar (Rezaei y Nedjate, 2003) y a partir de la elección del equilibrio se proponen las especies que participan en el equilibrio de distribución (Nedjate y Sabor, 1977 y Sabor y Bauer, 1978). Ziat y colaboradores (2002) proponen un modelo de cálculo para la extracción de ácido fosfórico con n-tributilfosfato (TBP). En donde calculan los coeficientes de actividad a partir de datos experimentales usando la ecuación de Pitzer. Los resultados que presentan son satisfactorios para los equilibrios de extracción propuestos para el sistema  $H_3PO_4/H_2O/TBP$ .

Independientemente del modelo utilizado los estudios realizados son específicos y los coeficientes de distribución regularmente no son constantes por lo que éstos sólo aplican con los parámetros utilizados. Es decir, no se puede extrapolar el estudio a otro tipo de sistema. Rojas-Hernández y Ramírez (1986, 1991 y 1992) presentan una propuesta en donde hacen una generalización para la construcción de diagramas de zonas de predominio usando constantes multicondicionales para el estudio del equilibrio químico de soluciones acuosas en sistemas multicomponentes. En la década de los noventa, Rojas-Hernández y Ramírez presentan el estudio para sistemas de extracción líquido-líquido con fases inmiscibles en donde retoman el modelo generalizado de sistemas multicomponentes y multirreaccionantes; en ese trabajo presentan el método de elección de las especies y equilibrios representativos para cada fase según alguna o varias variables, como el pH,  $pCa$ ,  $pCl^-$ , etc.

En el presente trabajo se retoma el modelo de especies y equilibrios generalizados para el catión Fe (III) contenido en ácido fosfórico concentrado grado analítico el que se extrajo con éter isopropílico. El método que se emplea toma en cuenta la miscibilidad parcial de las fases, las especies y equilibrios representativos y el pH de cada una de las fases acuosas al equilibrio. Se obtienen las constantes de extracción ( $K_{ex}$ ) del catión mencionado con el equilibrio general:



La importancia del presente trabajo radica en la utilización del sistema de extracción líquido-líquido de fases parcialmente miscibles y la determinación de las constantes de extracción a partir de datos experimentales que muestran que el porcentaje de extracción y el coeficiente de extracción no tienen alguna tendencia cuando se varía la concentración del ácido fosfórico.



La cuantificación de la cantidad de Hierro extraída en la fase acuosa, se hizo por medio de absorción atómica (A.A) y fue necesario preparar estándares de Hierro a diferentes concentraciones.

Para cuantificar el  $H_3PO_4$  en la fase acuosa se valoró con una solución de NaOH estandarizado con Ftalato ácido de Potasio y un indicador ácido- base (Fenofaleína).

Se determinaron las constantes de extracción de Hierro (III) en el medio ácido fosfórico-agua-TBP al 5% en éter isopropílico.

### 3 ANTECEDENTES

#### 3.1 Características del ácido fosfórico

El ácido ortofosfórico,  $H_3PO_4$ , es un ácido tribásico fuerte en la primera disociación, moderadamente débil en la segunda y muy débil en la tercera. Las constantes de ionización a 25°C. son:  $K_{a1} = 0.75 \times 10^{-2}$ ,  $K_{a2} = 0.6 \times 10^{-7}$  y  $K_{a3} = 3 \times 10^{-13}$ . El ácido ortofosfórico 100% puro es un sólido blanco cristalino (monociclito) que se funde a 42.4°C y se convierte en un líquido siruposo con fuerte tendencia al sobreenfriamiento. Las medidas físicas indican una formación considerable de enlaces hidrógeno en el ácido ortofosfórico. Existen también un hemihidrato cristalino del ácido ortofosfórico,  $H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$ , que se funde a 29.3°C.

Su comportamiento ácido (formación de sales y ésteres), el ácido fosfórico es químicamente inactivo a la temperatura ambiente. Así a veces se utiliza para sustituir al ácido sulfúrico cuando no se desea las propiedades oxidantes de éste. La reducción del ácido fosfórico por reductores fuertes, como el hidrógeno o el carbón, no se produce en cantidades mensurables a temperaturas inferiores a 350 – 400°C. a temperaturas mas altas, el ácido fosfórico es bastante activo con la mayoría de los metales y sus óxidos; atacan al cuarzo, mediante el calor, y forma lodos cuya estructura química no se conoce. En solución diluida, el ácido fosfórico tiene sabor ácido agradable, semejante al de otros ácidos empleados en lo alimentos, como los ácidos cítricos, tartárico, láctico y acético, pero que puede distinguirse del de éstos.

El ácido fosfórico puro se fabrica ya sea por el proceso húmedo o el proceso de horno. La precipitación química y la extracción por solventes son los principales métodos de purificación.

### 3.2 Usos del ácido fosfórico

El principal uso del ácido fosfórico impuro es la fabricación de superfosfatos doble y triple de amonio para fertilizantes.

Hace muchos años que se usa el ácido fosfórico para dar sabor a bebidas carbónicas.

Se usa para impedir la corrosión en revestimientos protectores de los metales ferrosos.

### 3.3 Extracción líquido-líquido

La extracción líquido-líquido es la técnica más utilizada para la extracción de analitos de muestras acuosas. El fundamento de esta técnica se basa en la distribución o reparto de la muestra entre dos fases inmiscibles en las cuales el analito y la matriz tienen solubilidades diferentes. En la mayoría de los casos, una de las fases es un medio acuoso y la otra un disolvente orgánico, por lo que frecuentemente se menciona esta técnica como extracción con disolventes orgánicos o, simplemente, extracciones rápidas y generalmente aplicables tanto a la separación de trazas o macromoléculas. Sus aplicaciones se centran fundamentalmente en:

La separación de un analito o un grupo de compuestos de interés. Por ejemplo, separación de un ion metálico mediante alguna reacción de complejación, o separación de una mezcla compleja de compuestos orgánicos.

La separación de las interferencias presentes en la matriz. Etapa de la limpieza que se realiza en muchos métodos analíticos.

La preconcentración de un analito antes de su medida, aumentando así la sensibilidad.

La selectividad y eficacia del proceso de extracción depende de la elección de los disolventes inmiscibles. Cuando se utiliza una fase acuosa y un disolvente orgánico, los analitos más hidrofílicos quedarán preferentemente en la fase acuosa y los más hidrofóbicos pasarán al disolvente orgánico.

La selectividad depende también de otros factores que puedan afectar al proceso de equilibrio como el pH, la adición de un agente complejante, la utilización de un reactivo formador de pares iónicos o la adición de sales neutras a la fase acuosa para reducir la solubilidad del analito (efecto salino desplazante).

La regla de las fases de Gibbs es el principio básico que controla la extracción líquido-líquido:

$$F + L = C + 2 \quad 1.1$$

Donde, F, es el número de las fases, L son los grados de libertad, C, es el número de componentes, y 2 son la temperatura y presión.

En general las extracciones se realizan a temperatura y presión constante, resultando, por tanto,

$$F + L = C \quad 1.2$$

Por ejemplo, el número de fases que se forman son 3 y la mezcla esta compuesta por 3 (éter H<sub>2</sub>O y H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Despejando L de la ecuación 1.2 queda como se muestra en la ecuación 1.2.1.

$$C - F = L \quad 1.2.1$$

$$3 - 3 = 0 \quad 1.2.2$$

Según la termodinámica, en el equilibrio, a temperatura y presión constantes, la reacción entre las actividades del soluto en las dos fases es una constante, siempre que el soluto S se encuentre en la misma forma en ambas fases (ley de distribución de Nernst, enunciada en 1891). La constante termodinámica que rige este equilibrio se denomina constante de reparto:

$$K_D^T = \frac{(a_s)_2}{(a_s)_1} \quad 1.3$$

donde (a<sub>s</sub>)<sub>1</sub> representa la actividad del soluto S en la fase líquida 1 y (a<sub>s</sub>)<sub>2</sub> representa la actividad del soluto S en la fase líquida 2.

Experimentalmente, en disoluciones diluidas, la relación entre las actividades se sustituye por la relación entre las concentraciones molares. Se define, entonces, la constante de distribución:

$$K_D = \frac{[S]_2}{[S]_1} \quad 1.4$$

donde [S]<sub>1</sub> representa la concentración del soluto S en la fase líquida 1 y [S]<sub>2</sub> representa la concentración del soluto S en la fase líquida 2.

Para que se cumpla la ley de distribución de Nernst es preciso que el soluto se encuentre en ambas fases en la misma forma química. Sin embargo, en la mayoría de los sistemas experimentales, el soluto puede estar presente en disolución en diversas formas químicas, apareciendo otros equilibrios que influyen en el reparto del soluto entre las fases. Por tanto, se define la relación de distribución como la relación de la concentración de todas las especies del soluto entre ambas fases:

$$D = \frac{\sum [s]_2}{\sum [s]_1} \quad 1.5$$

En la separación de dos o más solutos se debe conseguir una recuperación cuantitativa esto es un factor de enriquecimiento hacia una fase. Según la IUPAC, se define como el factor por el cual se debe de multiplicar la relación de cantidades iniciales de A y B, generalmente mezcladas en la fase acuosa (fases 1), para obtener una relación de cantidades extraídas en la fase orgánica (fases 2). (Rafael Cela 2002)

### 3.3.1 Método de representación grafica

Se han propuesto diversos esquemas para representar bidimensionalmente los diagramas de equilibrio de los sistemas ternarios. De ellos el método del triángulo equilátero sugerido por Stokes y Roozeboom es el más general y el que más se utilizará, ahora en este método las concentraciones de los tres componentes a una presión y temperatura dadas se grafican sobre un triángulo equilátero tal como se muestra en la figura 1. Cada vértice del triángulo se toma como punto de referencia para un 100 % del componente con que se designa. Para obtener otros porcentajes de A, se dividen los lados AB y BC en 10 (o a veces 100) partes iguales, y se dibujan líneas paralelas a BC. Cada una de ellas representa entonces un porcentaje de A que varían desde cero sobre la línea BC a 100 en A. Análogamente, las líneas que dividen los lados BA y BC y son paralelas a AC nos dan diversos porcentajes de B, mientras que las trazas a lo largo de los lados CA y CB y paralelas a AB representan los diversos porcentajes de C. para graficar un punto cualquiera sobre el diagrama tal como el D, que tiene un 30 % de A,



### 3.4 Fase orgánica inmiscible

Es la fase que en contacto con la acuosa, permite la separación de los solutos sometidos al proceso de extracción. Es el extractante, según la nomenclatura IUPAC. Normalmente se trata de un líquido orgánico inmiscible con el agua que tiene carácter no disociante e inerte (Valcárcel M. 1984).

### 3.5 Fase acuosa

Además del soluto o mezcla de solutos a separar, la fase acuosa contiene ácidos y bases inorgánicas y a veces sustancias orgánicas que proceden:

- a) del tratamiento previo (generalmente disolución) a que a sido sometida la muestra; debe conocerse con exactitud las operaciones realizadas y el tiempo de muestra
- b) de la adición intencionada para favorecer la extractabilidad de un determinado soluto o para impedir la extracción de otros.

### 3.6 Extracción de sales y ácidos solvatados

Los ácidos y bases cuyos iones se solvatan con moléculas del disolvente son especies que se extraen con facilidad. Generalmente para llevar a cabo estas extracciones se utilizan disolventes oxigenados cuyos átomos de oxígeno de carácter básico puede solvatar directamente los protones o los cationes metálicos (Valcárcel M. 1984).

### 3.7 Extracción con éteres

Quizá la mayor aplicación de la extracción con éteres sea la extracción de ácidos sin halometálicos. Estos ácidos son compuestos aniónicos de metales con iones haluro,  $MX^{-(x-m)}$ , que son neutralizados por protones, y como tales ácidos sin disociar son extraídos por disolventes oxigenados, principalmente por éteres.

El éter diisopropílico, se ha utilizado para la extracción de Fe (Valcárcel M. 1984).

### 3.8 Sinergismo

El fenómeno de sinergismo se define como un aumento anormal de la extracción cuándo se usa conjuntamente dos reactivos extractantes. Es decir, que el factor de recuperación de la extracción conjunta es mucho mayor que la suma de los factores de recuperación si se hiciese la extracción por separado.

Se define el factor sinergismo como el número por el cual se multiplica el rendimiento de la extracción normal para obtener el rendimiento práctico.

El sinergismo es esencialmente un fenómeno que ocurre en la fase orgánica, debido, al menos, a dos factores fundamentales:

- a) La capacidad de extracción de los agentes extractantes se modifica por la presencia mutua de los mismos.
- b) La composición de las especies extraídas en la fase orgánica no es la misma cuando se utiliza uno sólo de los extractantes.

Blake y col. en 1958, pusieron en manifiesto este fenómeno por primera vez, al usar un derivado del ácido fosfórico, el fosfato ácido de dialquilo  $(RO)_2PO\ OH$ , en conjunción con tributil fosfato(TBP) y observar que el porcentaje de metal extraído era muy superior a la suma de los porcentajes que se obtiene actuando ambos reactivos por separado (Valcárcel M. 1984).

### 3.9 Espectrometría de absorción atómica

La espectrofotometría de absorción atómica (EAA) es uno de los métodos más ampliamente utilizados en la química analítica. La absorción de radiación por átomos en la atmósfera solar se observó por primera vez en 1814. Sin embargo, sólo hasta 1953 un físico australiano, Alan Walsh, demostró que la absorción atómica podía usarse como herramienta del laboratorio químico para análisis cuantitativo.

El fenómeno que estudia la espectrometría de absorción atómica puede dividirse en dos procesos principales: (1) la producción de átomos libres de la muestra y (2) la absorción de la radiación de una fuente externa por estos átomos.

En la flama, la absorción de radiación por átomos libres (aquellos átomos del analito desprovisto de su medio ambiente químico pero no ionizado) involucra una transición de estos átomos desde el altamente poblado estado basal hasta un estado electrónico excitado. Aunque es posible que ocurran otras transiciones electrónicas, los espectros de absorción atómica de un elemento están constituidos por una serie de líneas de resonancia, todas con origen en el estado basal y con destino a diferentes estados excitados. Generalmente la transición entre el estado basal y el primer estado excitado, lo que se conoce como primera línea de resonancia, es la línea con mayor absorptividad. La absorptividad de un elemento dado disminuye conforme aumenta la diferencia de energías entre el estado basal y el excitado. La primera línea de resonancia del analito es la que se utiliza para el análisis, si ésta requiere alta sensibilidad y si todos los demás factores se mantienen constantes.

La longitud de onda de la primera línea de resonancia de todos los metales es mayor que 200 nm. La longitud de onda corta límite para los estudios de esta técnica coincide entonces con el límite inferior de la región ultravioleta convencional. La primera línea de resonancia para la mayoría de los no metales cae más allá del ultravioleta, por debajo de

los 185 nm y, por lo tanto, no puede medirse con los instrumentos convencionales. Entonces, la instrumentación de EAA encuentra aplicación en el análisis de metales. Los sistemas ópticos de los instrumentos de la EAA puede modificarse para detectar líneas de los no metales ( $< 200$  nm), pero estas modificaciones elevan significativamente el costo del instrumento y, por lo general no se utilizan.

Para que la EAA funcione como un método cuantitativo, el ancho de la línea emitida por la fuente de líneas nítidas debe de ser menor que el ancho de la línea de absorción del analito en la flama. (Willard 1991).

### 3.10 Atomizador de flama

En un atomizador de flama, la disolución de la muestra es nebulizada mediante un flujo de gas oxidante, mezclado con el gas combustible, y se transporta a una flama donde se produce la atomización. Una serie compleja de procesos encadenados tiene lugar en la flama. El primero es la desolvatación, en el que se evapora el disolvente hasta producir un aerosol molecular sólido finalmente dividido. Luego la disociación de la mayoría de estas moléculas produce un gas atómico. La mayoría de los átomos así formados se ionizan originando cationes y electrones. Indudablemente se producen también otras moléculas y átomos en la flama como resultado de las interacciones del gas combustible con el gas oxidante y con las distintas especies de la muestra. Una fracción de las moléculas, átomos e iones también se excitan por el calor de la flama, produciéndose así espectros de emisión molecular, atómicos e iónicos. En la figura 1 se muestra un esquema de los componentes que tiene un espectrofotómetro de absorción atómica.

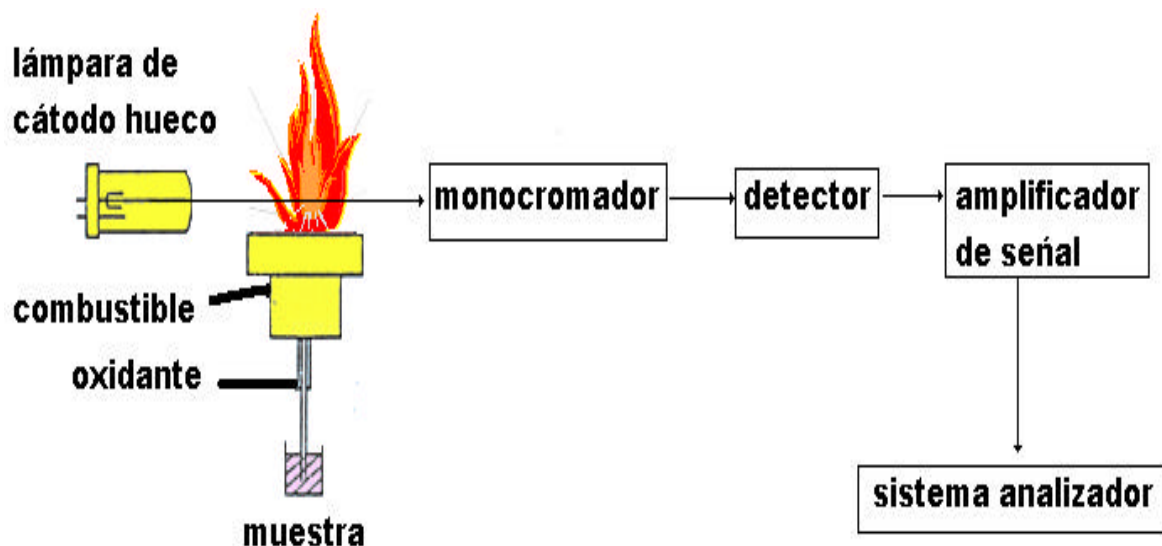


Figura 2. Esquema de un espectrofotómetro de absorción atómica.



### 3.11 Tipos de flamas

En la tabla 1, se muestran los combustibles y oxidantes más comunes utilizados en espectrofotometría de absorción atómica y los intervalos aproximados de temperatura alcanzados con cada una de estas mezclas. Hay que destacar que cuando se utiliza el aire como oxidante se obtienen temperaturas de 1700°C-2400°C con varios combustibles. A estas temperaturas sólo las muestras que se descomponen fácilmente se atomizan. Para la mayoría de las muestras refractarias, se debe emplear oxígeno u óxido nítrico como oxidante. Estos oxidantes producen temperaturas de 2500°C-3100°C con los combustibles habituales.

Las velocidades de combustión indicadas en la cuarta columna de la tabla 1 son de considerable importancia, porque las flamas sólo son estables en ciertos intervalos de caudal. Si el caudal no sobrepasa la velocidad de combustión, la flama se propaga hacia el interior del quemador, dando un fogonazo. Cuando el caudal aumenta, la flama sube hasta alcanzar un punto por encima del quemador donde el caudal y la velocidad de combustión son iguales. En esta región es donde la flama es estable.

A caudales más elevados, la flama sube y al final alcanza un punto donde se aparta del mechero y se apaga. Estas consideraciones ponen de relieve la importancia de controlar el caudal de la mezcla combustible/oxidante. Este caudal depende mucho del tipo de combustible y de oxidante utilizados.

Tabla 1. Tipos de gases utilizados para la mezcla de oxidantes y combustibles utilizados en la combustión para obtener las temperaturas que se necesitan para la cuantificación de cationes por absorción atómica

Combustible	oxidante	Temperaturas (°C)	Velocidad de combustión máxima (cm s <sup>-1</sup> )
Gas natural	Aire	1700-1900	39-43
Gas natural	Oxígeno	2700-2800	370-390
Hidrógeno	Aire	2000-2100	300-440
Hidrógeno	Oxígeno	2550-2700	900-1400
Acetileno	Aire	2100-2400	158-266
Acetileno	Oxígeno	3050-3150	1100-2480
Acetileno	Óxido nítrico	2600-2800	285

En la figura 3, se muestran las regiones más importantes de la flama: zona de combustión primaria, región interconal y la zona de combustión secundaria. El aspecto y el tamaño relativo de estas regiones varían considerablemente con la relación combustible-oxidante, así como el tipo de combustible y de oxidante. La zona de combustión primaria en una flama de hidrocarburos se reconoce por su coloración azul que proviene de los espectros de bandas de C<sub>2</sub>, CH y otros radicales. En general, en esta zona no se alcanza el equilibrio térmico y, por ello, esta zona rara vez se utiliza en la espectroscopía de flama. La región interconal, que es relativamente estrecha en flamas estequiométricas de hidrocarburo, puede alcanzar varios centímetros de altura con fuentes ricas en

combustible de acetileno/oxígeno o acetileno/óxido nitroso. La zona es frecuentemente rica en átomos libres y es la parte de la flama más ampliamente utilizada en espectrofotometría. En la combustión secundaria, los productos formados en la región interior se convierten en óxidos moleculares estables que se dispersan por los alrededores.

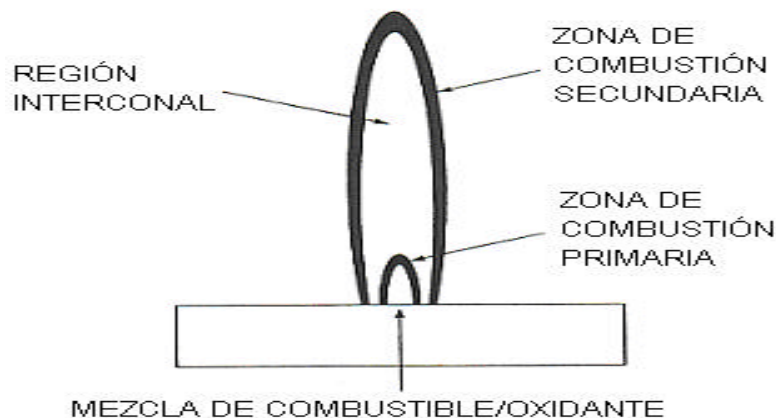


Figura 3. El perfil de la flama se divide en tres: zona de combustión primaria, la región interconal y la zona de combustión secundaria. La zona interconal es la más utilizada en espectroscopia debido a que es rica en átomos libres

### 3.12 Lámparas de cátodo hueco

La fuente más común para las medidas de absorción atómica es la lámpara de cátodo hueco, como la que se muestra en la figura 4. Este tipo de lámparas consiste en un ánodo de wolframio y un cátodo cilíndrico cerrado herméticamente en un tubo de vidrio lleno con neón o argón a una presión de 1-5 torr. El cátodo está construido con el metal cuyo espectro se desea obtener, o bien, sirve de soporte para una etapa de dicho metal.

Cuando se aplica un potencial del orden de 300V entre los electrodos se produce la ionización del gas inerte, lo que da a lugar a una corriente de aproximadamente 5-15 mA al tiempo que los iones y electrones migran hacia los electrodos. Si el potencial es lo suficientemente grande, los cationes gaseosos adquieren la suficiente energía cinética como para arrancar algunos de los átomos metálicos de la superficie del cátodo y producir una nube atómica; a este proceso se le denomina chisporroteo. Una parte de los átomos metálicos desprendidos se encuentran en estado excitado y, de este modo, al volver al estado fundamental emiten su radiación característica. Al final, los átomos metálicos se vuelven a depositar difundiendo de nuevo hacia la superficie del cátodo o hacia las paredes de vidrio del tubo.

La configuración cilíndrica del cátodo tiende a concentrar la radiación en una región limitada del tubo metálico; este diseño aumenta también la probabilidad de que la redeposición se dé en el cátodo más que sobre las paredes de vidrio.

La eficacia de la lámpara de cátodo hueco depende de su geometría y del potencial aplicado. Los potenciales elevados y, por consiguiente, las corrientes elevadas originan intensidades de radiación mayores. Esta ventaja se neutraliza en parte por un aumento del ensanchamiento por efecto doppler de las líneas de emisión de la lámpara. Además, las corrientes mayores provocan un aumento del número de átomos no excitados en la nube. Los átomos no excitados, a su vez, son capaces de absorber la radiación emitida por los átomos excitados, ésta autoabsorción reduce la intensidad, sobre todo en el centro de la banda de emisión (Willard 1991).

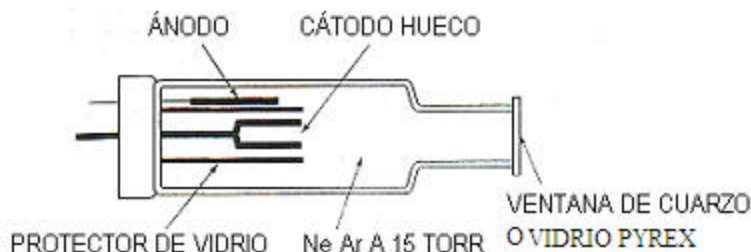


Figura 4. Sección transversal de una lámpara de cátodo hueco.

### 3.13 Curvas de calibración

En muchos tipos de análisis químico se mide la respuesta del procedimiento analítico a cantidades conocidas de analito (llamadas estándares) a estudiar. Dichas soluciones deben de cubrir el intervalo de concentraciones de interés, y basándose en ellas se puede interpretar la respuesta a una muestra de contenido desconocido. De las lecturas netas obtenidas, se prepara una curva de calibración, que es un gráfico, como el que se muestra en la figura 5, en el se observa la respuesta de un método analítico en función de cantidades conocidas del analito. Este gráfico está en función absorbancia vs. concentración.

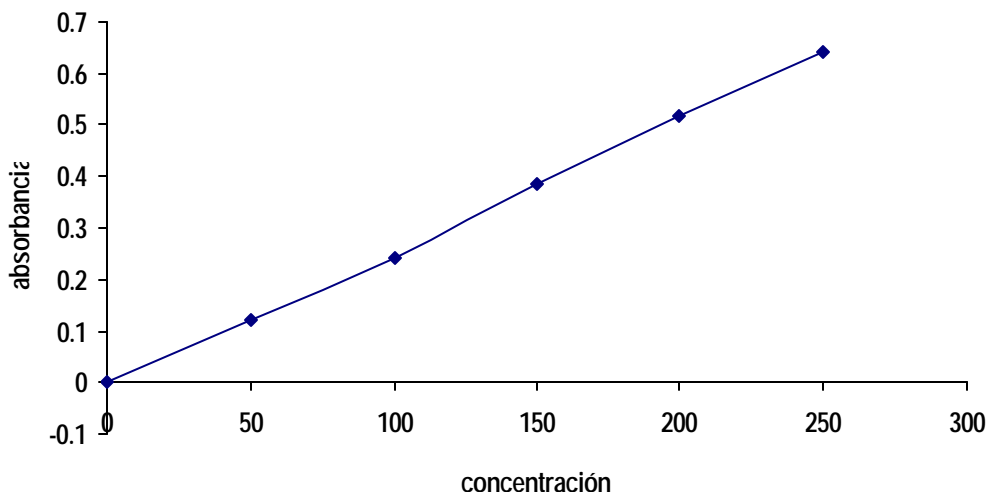


Figura 5. Curva de calibración elaborada a partir de las soluciones estándar y utilizada para interpolar las concentraciones del analito de interés

### 3.14 Titulaciones potenciométricas

La medición del potencial de un electrodo indicador apropiado se ha usado durante muchos años como método para detectar el punto de equivalencia en una gran variedad de titulaciones. Cuando se lleva a cabo una titulación potenciométrica, el interés se centra en los cambios del pH de la celda electroquímica, a medida que se añade una solución titulante de concentración conocida a la solución del elemento analizado.

Este método puede aplicarse a cualquier reacción volumétrica, para la cual se disponga de un electrodo indicador que puede detectar la actividad de cuando menos una de las sustancias involucradas. Los requerimientos para los electrodos de referencia son menos estrictos; solo es necesaria que la respuesta de un par de electrodos sea sustancialmente mayor o más rápida que la del otro. Además del establecimiento del punto de equivalencia de una reacción, el trazo de una curva completa de titulación potenciométrica proporciona información adicional relativa a la muestra y a sus reacciones.

Las principales ventajas de las titulaciones potenciométricas son su aplicabilidad a soluciones turbias, fluorescentes, opacas o coloridas, o cuando no se dispone de indicadores visuales adecuados. Es posible obtener una sucesión de puntos de equivalencia en la titulación de mezcla. En la figura 6 se muestra el montaje para que se lleven a cabo las titulaciones.

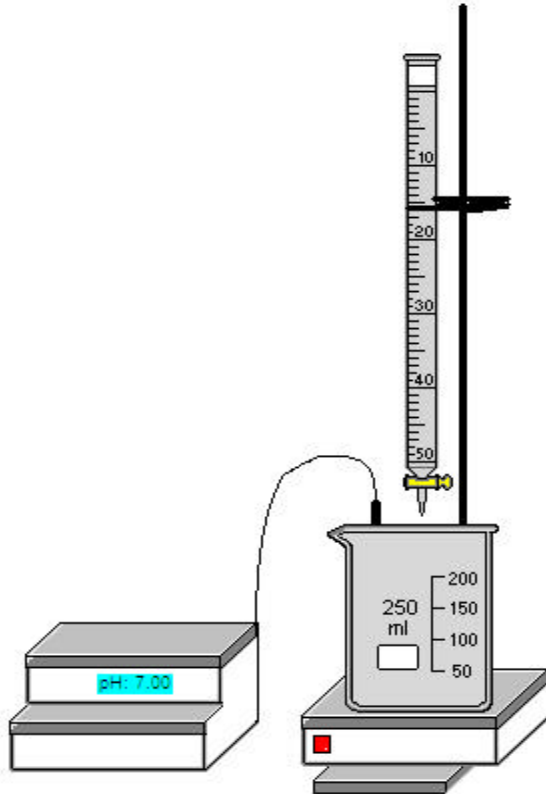


Figura 6. Equipo para titulaciones potenciométricas.

La exactitud aumenta debido a que se emplean, potenciales medios para detectar los cambios rápidos de actividad que ocurre en el punto de equivalencia de la titulación, y esta velocidad de variación del pH suele ser considerablemente mayor que la pendiente de la respuesta que limita la precisión de la potenciometría directa. Además, el método se basa en el cambio del pH en función del volumen de titulante y no en el valor absoluto del pH por consiguiente, los factores de potenciales de empalme líquido y de coeficientes de actividad tienen poco o ningún efecto.

### 3.15 Clasificación de los electrodos

#### 3.15.1 Electrodos de primera clase

Los electrodos de primera clase son reversibles con respecto a los iones de la fase metálica. El electrodo es una pieza del metal en contacto con una solución de sus iones.

#### **3.15.2 Electrodos de segunda clase**

En los electrodos de segunda clase hay dos interfaces, pues consisten de un metal recubierto con una capa de una de sus sales poco solubles. El electrodo subyacente debe

ser reversible. Considérese un alambre de plata recubierto con un depósito delgado de cloruro de plata.

Estos electrodos pueden emplearse para la determinación directa de actividades, ya sea del ion metálico o del anión del recubrimiento, y también como electrodo indicador para las titulaciones de cualquier de estos dos.

Las limitaciones de estos electrodos son severas. Solamente pueden usarse en un intervalo de actividades aniónicas que preserve la saturación de la solución con respecto al recubrimiento. Puede presentarse interferencias de otros aniones cuando éstos forman también una sal insoluble con el catión del electrodo subyacente.

### 3.15.3 Electrodo de tercera clase

El electrodo de reversibilidad es utilizado para medir actividades de iones, esta constituido por un pequeño electrodo de mercurio (o un alambre de amalgama oro) en contacto con una solución conteniendo iones metálicos que se titulan con un agente quelante (Y), tal como el EDTA.

### 3.15.4 Electrodo redox

Es un electrodo que tiene un alambre de oro, platino o carbono, sumergido en una solución que contiene tanto el estado oxidado como el reducido de un sistema redox homogéneo y reversible, desarrolla un potencial proporcional a la reacción de los dos estados de oxidación. La única función del electrodo redox consiste en suministrar o adquirir electrones.

Los electrodos de platino son inadecuados para trabajar con soluciones conteniendo agentes reductores poderosos, tales como iones cromo (II), titanio (III) y vanadio (II), pues el platino cataliza la reducción del ion hidrógeno como estos reductores en la superficie del platino. Por consiguiente el potencial de electrodo interfacial no refleja los cambios de composición de la solución.

### 3.15.5 Electrodos de membrana

Los electrodos de selectividad iónica también pueden usarse como electrodos indicadores. Su utilidad puede usarse como electrodos indicadores. Su utilidad puede ampliarse a la determinación de especies para las cuales no se dispone de electrodos de selectividad iónica, usando el ion selectivo apropiado como titulante.

### 3.16 Localización del punto de equivalencia.

La curva de titulación puede seguirse punto por punto, localizando como ordenadas de una gráfica los valores del pH de la celda, y como abscisas los valores de volumen correspondiente de titulante añadido. Las adiciones de titulante deben hacerse con incrementos de volúmenes pequeños que se puedan medir con exactitud y que proporcionen una adecuada densidad de puntos en el intervalo de pH, en particular en la cercanía de punto de equivalencia y cuando se llega al punto de equivalencia el pH de la celda cambia abruptamente. La curva de titulación resultante es similar a la que se muestra en la figura 7.

El punto final puede localizarse mediante una inspección a partir del punto de inflexión de la curva de titulación, y es el punto que corresponde a la máxima velocidad de cambio del pH por unidad de volumen de titulante añadido. La precisión de la localización del punto final aumenta mientras más cuantitativa sea la reacción involucrada (Willard 1991).



Figura 7a) Curva de titulación experimental de un ácido diprótico débil con una base fuerte en el plano pH/volumen. Se señalan dos puntos de inflexión debido a los dos protones del ácido valorado.

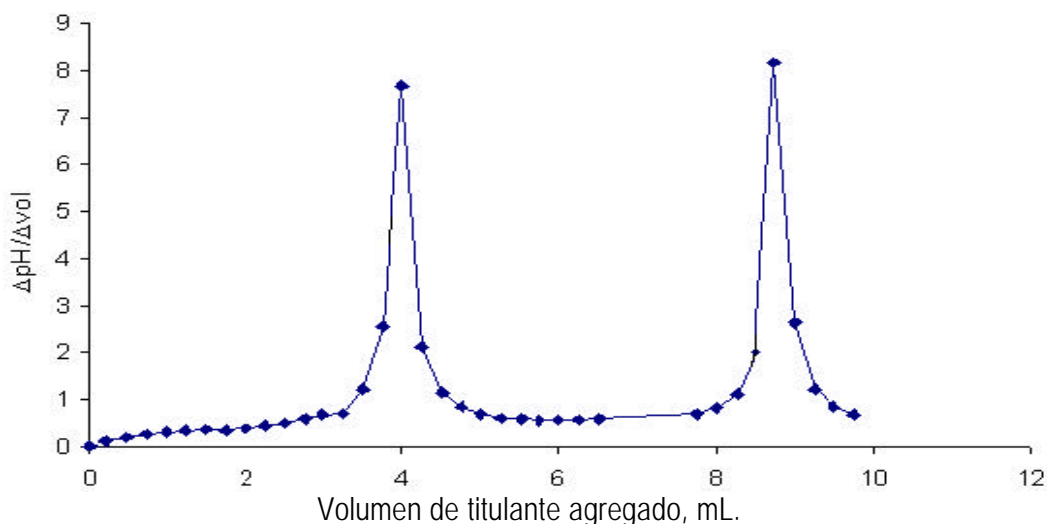


Figura 7b) Gráfica de la primera derivada ( $\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$ ) en función del volumen de titulante para la titulación de un ácido diprótico débil con una base fuerte. La primera derivada da como resultado una mayor precisión en la determinación de cada punto de equivalencia.

### 3.17 Elección de condiciones experimentales

Dada la necesidad de conocer el comportamiento del sistema ternario a una temperatura de laboratorio y con 5 % de TBP, se procedió a proponer las condiciones experimentales con la ayuda del diagrama reportado a 20°C sin TBP. La idea para obtener dicho diagrama surgió con la necesidad de encontrar si el comportamiento con respecto al reparto es el mismo a una temperatura de laboratorio y con 5% de TBP, por lo que se escogieron concentraciones iniciales que fueran cercanas a las líneas de reparto para unos casos y para los restantes se escogió que estuvieran dentro de la zona de tres fases.

En la figura 8, se muestra el diagrama ternario que Lozano y Garfias obtuvieron experimentalmente para el sistema  $\text{H}_3\text{PO}_4\text{-H}_2\text{O-Éter}$  a 20°C. Se puede ver claramente que existe una zona de tres fases (delimitada en el área del triángulo de línea más gruesa), tres zonas de dos fases una de ellas por encima, otra por debajo y por último una zona muy pequeña al costado derecho de la zona de tres fases. Por otra parte, en el diagrama se pueden observar unos puntos negros que se encuentran dentro de la zona en la que existe reparto, las cuales se utilizaron para el presente trabajo.



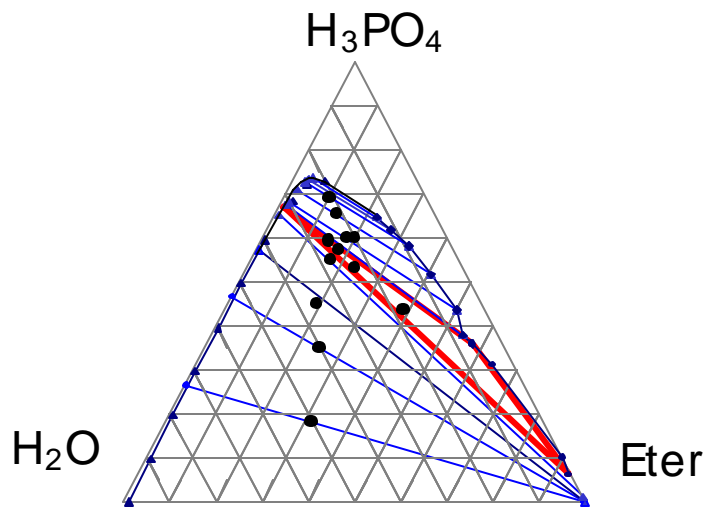


Figura 8. Diagrama ternario del sistema  $\text{H}_3\text{PO}_4$ - $\text{H}_2\text{O}$ -Eter a  $20^\circ\text{C}$ .

#### 4 Material, equipo y reactivos

Embudo de separación 250 mL  
Pipetas volumétricas de 1, 2, 3, 4, 5, 25 mL  
Vasos de precipitados de 100 250 mL  
Balanza  
Propipetas  
pH-metro  
Electrodo combinado  
Bureta de 50 mL  
Soporte universal completo  
Agitador magnético  
Barra magnética

Tributil fosfato (TBP) grado industrial (G.I.)  
Éter isopropílico isopropílico (G.I.)  
NaOH grado analítico  
H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> al 85 %  
H<sub>2</sub>O desionizada  
ftalato ácido de potasio al 100 %  
Fe metálico en polvo al 100%

## 5 PARTE EXPERIMENTAL

## 5.1 DIAGRAMA DE FLUJO

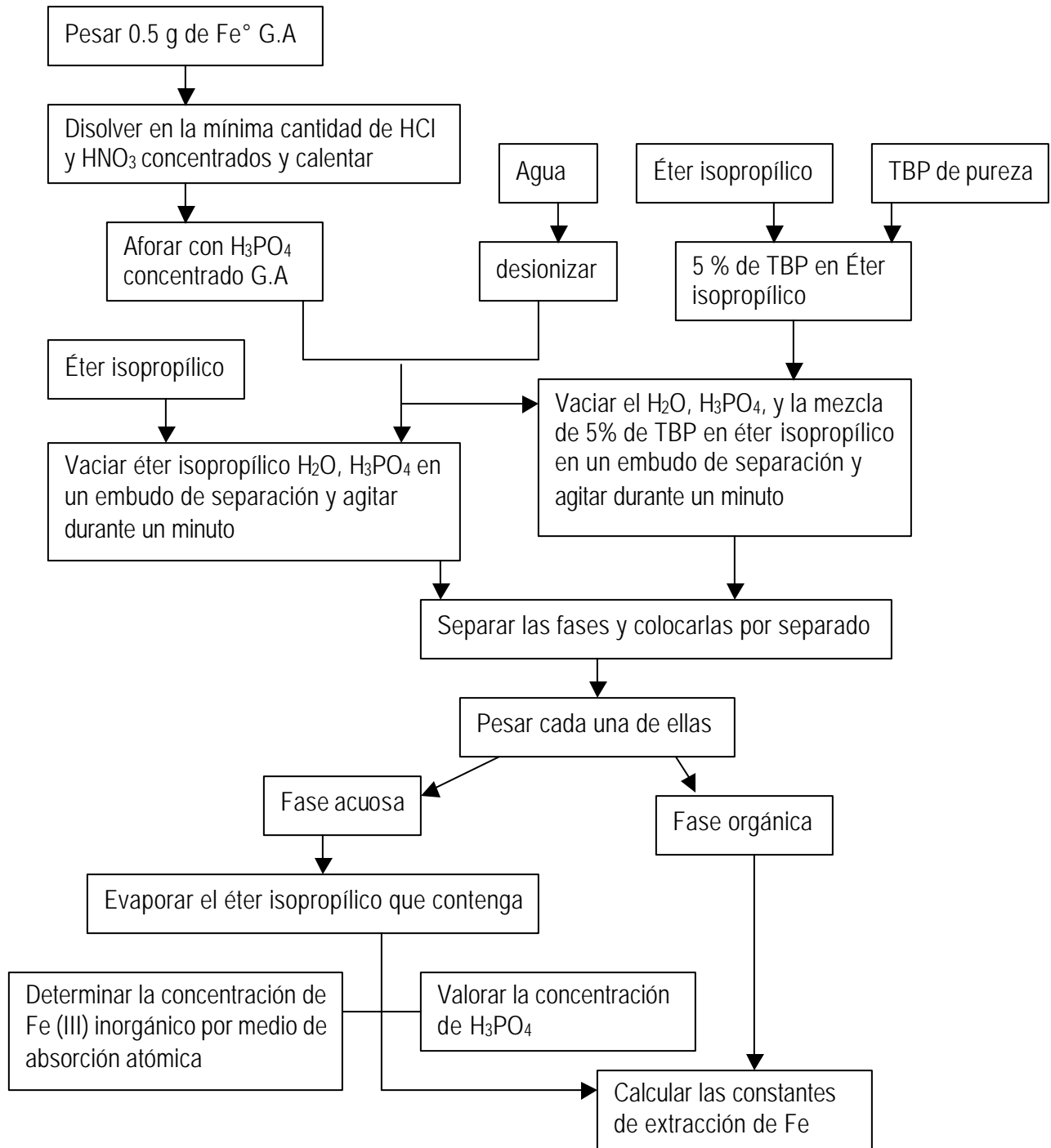


Figura 9 cada una de las etapas de este estudio están esquematizadas en el diagrama de flujo, para calcular la constante de extracción de Hierro.

## 5.2 METODOLOGÍA

### 5.2.1 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES.

a) Solución patrón de Hierro.

Se pesaron en un vaso de precipitados 0.5 g de Hierro metálico (grado analítico), y se disolvió con la mínima cantidad de una mezcla de  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$ , (ambos concentrados), se calentó hasta que se disolvió la muestra, posteriormente se dejó enfriar. Se vació en un matraz de 500 mL para posteriormente aforar a 500 mL con  $\text{H}_3\text{PO}_4$  concentrado.

b) Solución al 5% de TBP en éter isopropílico isopropílico.

Se pesaron 6.5 g de TBP, los cuales fueron mezclados con 130 g de éter isopropílico.

### 5.2.2 PREPARACIÓN DE LAS MEZCLAS DE EXTRACCIÓN.

Se prepararon 3 series de mezclas de extracción, todas las mezclas tenían  $\text{Fe}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  y éter isopropílico. Las series de experimentos 2 y 3 contenían TBP al 5% disuelto en éter isopropílico, mientras que la serie 1 no contuvo TBP. En la tabla 2, se muestran 10 experimentos los cuales se numeraron desde 1.1 hasta 1.10. El número 1 antes del punto se refiere a la primera serie de experimentos y el segundo número después del punto indica el número de experimento. En la misma tabla, se indican las cantidades que se utilizaron de  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  y éter isopropílico.

Tabla 2. Masa en gramos vertidos en un embudo de separación (éter isopropílico sin TBP).

Experimento	% $\text{H}_3\text{PO}_4$	Masa $\text{H}_3\text{PO}_4$ puro	% $\text{H}_2\text{O}$	Masa $\text{H}_2\text{O}$	% Éter isopropílico	Masa Éter isopropílico
1.1	20.197	10.125	47.938	24.033	31.864	15.9743
1.2	38.807	19.460	36.198	18.152	24.995	12.5340
1.3	50.179	25.380	30.642	15.498	19.178	9.7001
1.4	60.932	30.500	21.597	10.811	17.470	8.7450
1.5	63.564	31.804	18.543	9.278	17.894	8.9532
1.6	65.659	32.838	19.522	9.763	14.820	7.4118
1.7	72.655	36.309	13.967	6.980	13.378	6.6886
1.8	76.443	38.265	13.490	6.753	10.067	5.0390
1.9	48.445	24.258	12.853	6.436	38.702	19.3790
1.10	58.834	29.434	17.705	8.858	23.461	11.7372

La serie de experimentos 2 y 3 se conformaron por un total de 29 experimentos los cuales se indican en la tabla 3. En estas series de experimentos se añadió TBP disuelto en éter isopropílico al 5%. Todas las cantidades fueron tomadas en gramos y se mezclaron con el fin de estudiar el reparto.

Tabla 3. Cantidades pesadas de ácido fosfórico, agua y éter isopropílico con TBP al 5%.

Experimento	% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> g neto	% H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O g	% Éter isopropílico	Éter isopropílico + 5% TBP g
2.1	20.191	10.101	48.026	24.026	31.784	15.901
2.2	38.617	19.298	36.316	18.148	25.067	12.527
2.3	49.716	24.865	30.878	15.443	19.407	9.706
2.4	60.858	30.450	21.651	10.833	17.491	8.751
2.5	63.353	31.820	18.333	9.208	18.314	9.199
2.6	65.690	32.875	19.441	9.729	14.869	7.441
2.7	72.705	36.444	13.968	7.002	13.327	6.680
2.8	76.284	38.240	13.462	6.748	10.254	5.140
2.9	48.374	24.197	12.831	6.418	38.795	19.406
2.10	58.787	29.475	17.665	8.857	23.548	11.806
2.11	66.452	33.402	13.644	6.858	19.904	10.005
2.12	66.488	33.433	15.231	7.659	18.281	9.193
3.1	50.013	25.004	40.000	19.998	9.987	4.993
3.2	39.969	19.996	12.554	6.280	47.477	23.751
3.3	29.417	14.999	13.742	7.007	56.841	28.982
3.4	19.978	9.994	17.022	8.515	63.000	31.515
3.5	10.008	5.007	18.979	9.496	71.014	35.531
3.6	50.037	25.033	34.907	17.464	15.055	7.532
3.7	40.005	20.006	28.009	14.006	31.986	15.996
3.8	29.939	14.999	19.964	10.002	50.097	25.098
3.9	19.971	9.996	11.992	6.003	68.037	34.056
3.10	9.970	5.005	79.692	40.006	10.338	5.190
3.11	14.891	7.508	69.398	34.991	15.711	7.922
3.12	19.196	9.641	59.784	30.027	21.020	10.558
3.13	24.955	12.494	49.903	24.985	25.142	12.588
3.14	29.902	15.040	39.156	19.694	30.942	15.563
3.15	33.140	16.604	29.954	15.008	36.906	18.491
3.16	38.985	19.492	19.992	9.996	41.022	20.510
3.17	39.999	20.024	17.977	9.000	42.023	21.038
3.18	43.007	21.514	10.004	5.005	46.988	23.505

En la figura 9 se interpolaron los puntos experimentales realizados en este trabajo a temperatura de laboratorio, dicho diagrama se tomo como referencia de Francisco Lozano y Francisco J. Garfias en el cual trabajaron a 20°C.

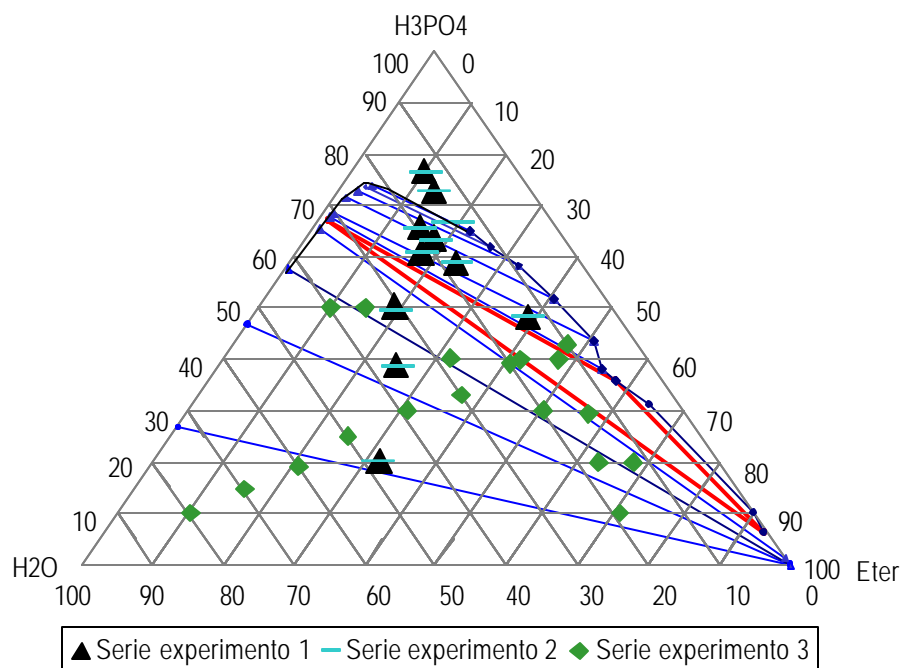


Figura 9. Diagrama ternario del sistema  $H_3PO_4$ - $H_2O$ -Éter. Se muestra gráficamente los puntos tomados para la determinación de las constantes de extracción de todas las series de experimentos realizadas

### 5.2.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE HIERRO.

Todos los envases que contenían las fases acuosas provenientes de la extracción líquido-líquido se pusieron en baño maría para la eliminación de éter isopropílico por evaporación, la cual se detectó por ausencia de olor (se dejó a una temperatura mayor al punto ebullición para asegurar que no contenga éter, se sabe que el éter tiene un punto de ebullición de  $20^\circ C$ ). Al concluir dicho proceso se continuó con un pesado para poder determinar la cantidad de éter isopropílico liberado con el fin de obtener la cantidad de Fe (III) en las fases acuosas libres de éter isopropílico.

### 5.2.4 PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES PARA OBTENER LA CURVA DE CALIBRACIÓN DE HIERRO.

Se preparó una solución de Hierro de 1000 ppm y se tomaron alícuotas de 1.25, 2.5, 3.75, 5, y 6.25 mL, se aforaron a 25 mL con una solución de  $H_3PO_4$  2.41 M. Las concentraciones obtenidas fueron 50, 100, 150, 200 y 250 ppm respectivamente (tabla 4).

Tabla 4. Concentraciones de los estándares utilizados para EAA.

Vol. (mL.)	Concentración de Hierro (ppm)
1.25	50
2.5	100
3.75	150
5	200
6.25	250

### 5.2.5 DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO EN LA F.A.

Para poder cuantificar la cantidad de Hierro en la FA se realizó lo siguiente: se hizo un barrido para saber aproximadamente que concentración se tenía en la fase acuosa, A partir de ahí se aforar las soluciones a diferentes volúmenes con  $H_3PO_4$ , (10, 25 y 50 mL con  $H_3PO_4$  2.41 M). En la tabla 5, se especifican las cantidades y volúmenes exactos para la determinación de Hierro en cada experimento. Nótese que en la tabla 5 los experimentos 1.7, 1.8, 2.7, 2.8, 2.11 y 2.12 no se muestran, debido a que no se formaron las dos fases, no hubo extracción y por lo tanto no se cuantificó Hierro en estos experimentos.

Tabla 5. Cantidades pesadas (g.) y volúmenes de aforo (mL) de la fase acuosa liberada de éter isopropílico para la cuantificación de Hierro.

experimento	Alícuota de FA	Vol (mL)	experimento	alícuota de FA	Vol (mL)
1.1	0.582	50	3.2	2.017	10
1.2	0.664	50	3.3	2.039	10
1.3	0.684	50	3.4	2.057	10
1.4	0.714	50	3.5	2.035	10
1.5	2.975	25	3.6	2.024	10
1.6	2.145	25	3.7	2.012	10
1.9	2.005	10	3.8	2.043	10
1.10	2.048	10	3.9	2.036	10
2.1	2.002	10	3.10	2.009	10
2.2	2.052	10	3.11	2.017	10
2.3	1.981	10	3.12	2.02	10
2.4	2.235	10	3.13	2.02	10
2.5	2.093	10	3.14	2.013	10
2.6	2.002	10	3.15	2.066	10
2.9	2.016	10	3.16	2.024	10
2.10	2.015	10	3.17	2.074	10
3.1	2.031	10			



## 5.2.6 ESTANDARIZACIÓN DE NaOH.

### PREPARACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE NaOH.

Se pesó 1.807 g Ftalato ácido de Potasio y se aforó con agua desionizada hasta un volumen de 100 mL de ahí se tomaron 4 alícuotas de 25 mL de Ftalato ácido de Potasio con una concentración 0.3539. A cada una se le agregó Fenoftaleína con el fin de detectar el punto de equivalencia visualmente. Se agregó sosa desde la bureta hasta que la solución virara de incoloro a rosa.

Se tomaron 5 mL de NaOH de una concentración alrededor del 50% y se aforó con agua desionizada hasta un volumen de 50 mL.

Se pesaron muestras de Ftalato ácido de Potasio de 0.295 g disolviéndose cada muestra en 25 mL de agua desionizada. A cada una se le agregó Fenoftaleína con el fin de detectar el punto de equivalencia visualmente. Se agregó sosa desde la bureta hasta que la solución virara de incoloro a rosa.

## 5.2.7 CUANTIFICACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO DE LAS FASES ACUOSAS CON NaOH.

Para cuantificar ácido fosfórico en fase acuosa, se tomaron alícuotas de aproximadamente 1 g de las fases acuosas libres de éter isopropílico. Todas se diluyeron a 25 mL y posteriormente fueron tituladas con sosa estandarizada. Cada una de las titulaciones se siguió potenciométricamente y así obtener un gráfico en el plano pH/ volumen de sosa. Las cantidades exactas para cada una de las fases se presentan en la tabla 6.

Tabla 6. Alícuotas tomadas en gramos de cada una de las fases acuosas obtenidas después de las extracciones líquido-líquido libres de éter isopropílico para la titulación del H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> y también se muestran las concentraciones de la sosa previamente estandarizada para cada titulación potenciométrica.

	Experimento Alícuota Concentración		Experimento Alícuota Concentración		
	tomada molar de sosa		Tomada molar de sosa		
	(g)		(g)		
1.1	1.004	0.295	3.2	1.009	0.737
1.2	1	1.470	3.3	1.009	0.737
1.3	1.001	1.470	3.4	1.002	0.737
1.4	1.001	1.470	3.5	1.001	0.295
1.5	1.001	0.295	3.6	1	0.295
1.6	1.003	0.295	3.7	1.005	0.295
1.9	0.998	1.470	3.8	1.001	0.295
1.10	1.003	1.470	3.9	1.007	0.295
2.1	0.999	1.470	3.10	1.003	0.295

2.2	0.999	1.470	3.11	1.006	0.295
2.3	1.001	1.470	3.12	1.001	0.295
2.4	1	1.470	3.13	1.002	0.295
2.5	1	1.470	3.14	1.003	0.295
2.6	1	1.470	3.15	1.007	0.295
2.9	0.997	1.470	3.16	1	0.295
2.10	1	1.470	3.17	1.001	0.295
3.1	1.033	0.737			

# **RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.**

Este trabajo consistió de 40 experimentos de extracción con diferentes volúmenes de  $H_3PO_4$ ,  $H_2O$  y éter isopropílico con y sin TBP, de los cuales en uno de los experimentos se obtuvieron 3 fases, en seis de 1 fase y en treinta y tres de 2 fases, estos último son los de interés, trabajándose en la fase acuosa.

Para determinar las constantes de extracción lo primero que se hizo fue la cuantificación de éter isopropílico en la fase acuosa, esta determinación fue por diferencia de peso, (se peso al inicio y al final de la evaporación), la cual fue variando, esto debido a las diferentes condiciones, con las que se trabajo dando diferentes cantidades de éter isopropílico en la fase acuosa, cuya eliminación fue desde 0.28g hasta 13.452 g

Posteriormente se estandarizó el NaOH, dos veces y por triplicado, con Ftalato ácido de Potasio, una al principio de la titulación de las series de experimentos y la otra al final, dando una concentración real de 5.84 y 6.095 M NaOH.

Se tituló potenciométricamente el ácido fosfórico con la sosa estandarizada para conocer la concentración de la misma para cada serie de experimentos.

Se aforaron a 10, 25 y 50 mL cada una de las fases acuosas de tal manera que se pudiera extrapolar la absorbancia leída, en el espectrofotómetro de absorción atómica, de cada solución en la curva de calibración.

### 5.3.1 MEZCLAS DE EXTRACCIÓN.

Los resultados que se muestran en la tabla 7 fueron de la mezcla de éter isopropílico, ácido fosfórico y agua, en las cuales se obtuvieron dos fases excepto los experimentos 1.7 y 1.8 en que solo se obtuvo la fase orgánica, esto debido a que caían fuera de las zonas de dos fase (como se muestra en la figura 10). Cada fase obtenida se vacía en envases previamente tarados para saber la masa obtenida en cada fase. Se eliminó el éter isopropílico de cada una de las fases acuosas por medio de evaporación y posteriormente se pesó para determinar la masa restante. También hubo perdida de éter isopropílico al hacer las extracciones, esto fue debido a que al momento de agitar se tenia que liberar la presión que se formaba al desprenderse gases de éter isopropílico ya que es volátil.

Tabla 7. Masas obtenidas en cada una de las fases de las extracciones realizadas.

Experimento	m FA	M FO	m FA sin éter isopropílico	Masa de éter isopropílico en la FA	Masa de éter isopropílico perdido durante la extracción
1.1	33.0795	15.7276	32.0421	1.0374	1.3251
1.2	37.0203	11.8505	35.6594	1.3609	1.2755

1.3	40.5907	9.1038	39.4778	1.1129	0.8839
1.4	33.714	14.9253	32.6535	1.0605	1.4169
1.5	29.8949	18.451	28.8392	1.0557	1.6887
1.6	32.889	15.8666	29.6977	3.1913	1.2574
1.9	43.2388	4.8344	29.7868	13.452	1.9991
1.10	24.8039	23.687	24.1643	0.6396	1.5375

Los resultados que se muestran en la tabla 8 fueron obtenidos de la mezcla de 5 % de TBP en éter isopropílico, ácido fosfórico y agua, en las cuales se obtuvieron dos fases excepto los experimentos 2.7, 2.8, 2.11 y 2.12, que se obtuvieron una fase (orgánica) y el 3.18 se obtuvo 3 fases, esto debido a que caían fuera de las zonas de dos fase (como se muestra en la figura 10). Las fases obtenidas se separaron en envases previamente tarados para determinar el peso de cada fase. A cada una de las fases acuosas se le eliminó el éter isopropílico que contenía por medio de evaporación y por diferencia de peso se determinó el éter isopropílico evaporado.

Tabla 8. Masas obtenidas en cada una de las fases de las extracciones realizadas.

Experimento	Peso FA (g)	peso FO (g)	Peso FA sin éter isopropílico (g)	Peso de éter isopropílico en la FA (g)
2.1	33.929	15.598	33.018	0.911
2.2	36.493	12.141	35.539	0.954
2.3	39.214	9.363	38.455	0.759
2.4	34.634	13.644	33.966	0.668
2.5	27.796	20.222	26.786	1.01
2.6	31.798	16.507	30.802	0.996
2.9	15.045	33.452	12.750	2.295
2.10	25.614	23.194	25.045	0.569
3.1	44.035	4.781	43.374	0.661
3.2	18.628	30.183	18.225	0.403
3.3	19.475	29.383	18.924	0.551
3.4	17.335	31.376	16.924	0.411
3.5	13.453	34.967	12.847	0.606
3.6	41.602	7.457	40.933	0.669
3.7	33.061	15.795	32.202	0.859
3.8	24.059	25.049	23.481	0.578
3.9	14.595	34.419	13.972	0.623
3.10	44.325	4.398	43.193	1.132
3.11	41.929	7.413	40.881	1.048
3.12	39.221	10.156	38.009	1.212
3.13	36.926	12.269	35.673	1.253
3.14	34.458	15.184	33.169	1.289
3.15	30.660	18.437	30.38	0.28
3.16	28.690	20.696	28.131	0.559

3.17      27.701      21.334      27.013      0.688

En la figura 10 se señala la localización de los experimentos que quedaron fuera de la zona de dos fases

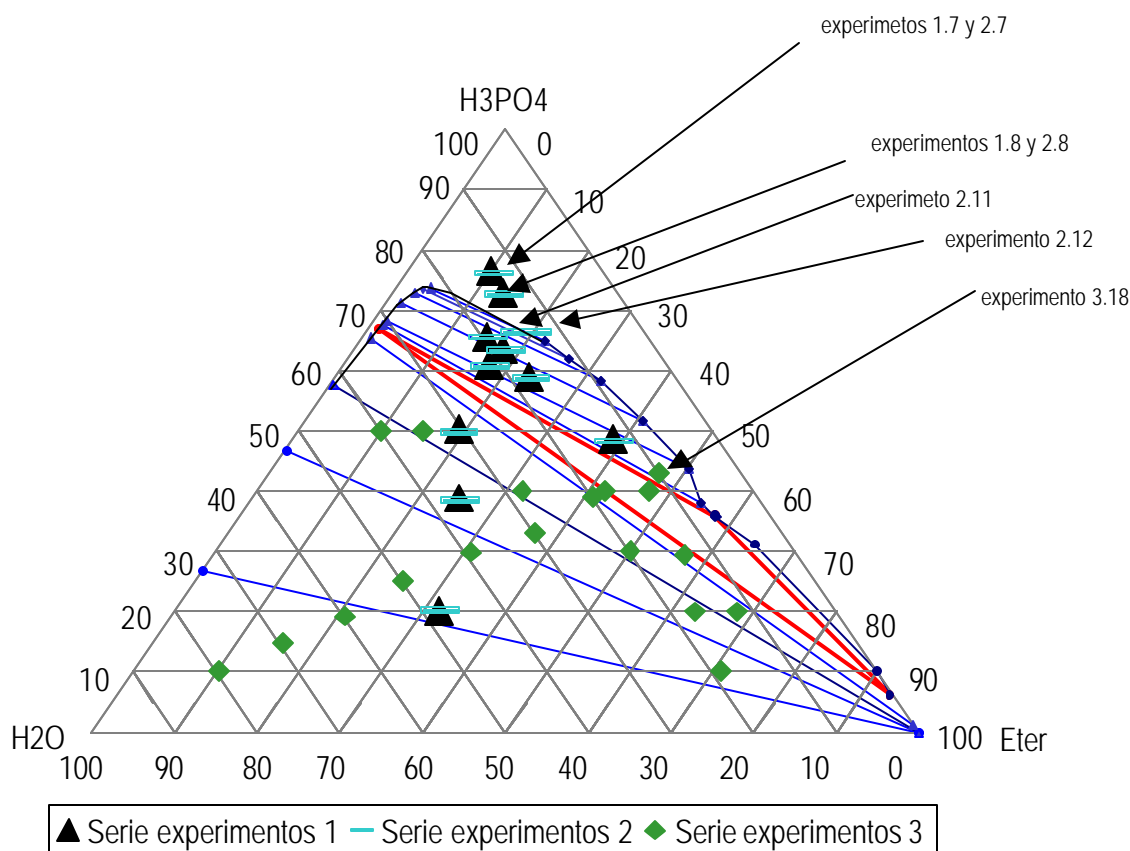


Figura 10. Composiciones iniciales de ácido fosfórico, agua y la mezcla éter-TBP.

### 5.3.2 CURVA DE CALIBRACIÓN.

En la tabla 9 se muestran los resultados obtenidos de la curva de calibración para la cual se prepararon estándares de una concentración que va de 0 a 250 ppm de Hierro con una concentración de  $H_3PO_4$ , 6 M, una longitud de onda de 386 nm (nanómetros)

Tabla 9. Absorbancias de estándares de Hierro en absorción atómica para la curva de calibración Con tres lecturas y 5 seg. de retención en cada lectura

Muestra identificada	Concentración (mg./L)	%RSD	Absorbancia promedio	Lecturas		
CAL ZERO	0	75.1	-0.0004	-0.0003	-0.0007	-0.0002
STANDARD 1	50	0.8	0.1206	0.1201	0.1216	0.1200
STANDARD 2	100	0.6	0.2416	0.2432	0.2408	0.2409
STANDARD 3	150	0.4	0.3842	0.3851	0.3852	0.3822
STANDARD 4	200	0.6	0.5172	0.5145	0.5207	0.5164
STANDARD 5	250	0.8	0.6396	0.6452	0.6374	0.6361

NOTA:(%RSD) es el porcentaje de desviación estándar relativa que suele proporcionar más información que las desviaciones estándar absolutas. La desviación estándar relativa de los datos de una muestra viene dada por

$$\%RSD = \frac{s(100)}{\bar{x}}$$

### curva de calibración

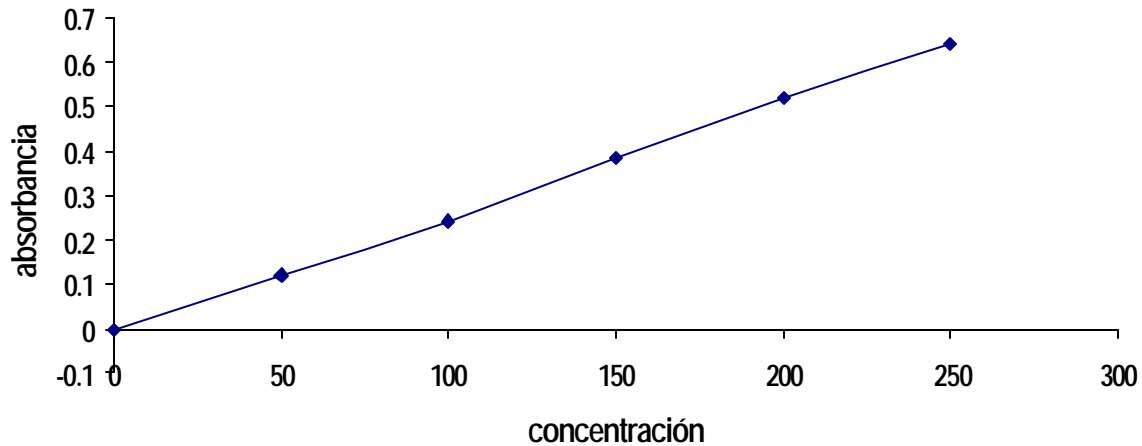


Figura 11. se muestra la curva de calibración experimental en la cual se interpola las concentraciones problema.

### 5.3.3 TABLA DE CUANTIFICACIÓN DE HIERRO.

Antes de que se tomaran las lecturas se le hizo un tratamiento a la fase acuosa el cual consistió en la eliminación del éter isopropílico y posteriormente se aforó con H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 2.41 M, a diferentes volúmenes y tomando masas diferentes para que entraran dentro de la curva de calibración, como se muestra en la tabla 10.

Tabla 10. Masas tomadas de las fases acuosas y llevadas a diferentes volúmenes de aforó para la cuantificación de Fe por medio de absorción atómica

experimento	Masa FA	Volumen de aforo	experimento	Masa FA	Volumen de aforo
1.1	0.584	50	3.2	2.016	10
1.2	0.664	50	3.3	2.039	10
1.3	0.683	50	3.4	2.056	10
1.4	0.714	50	3.5	2.035	10
1.5	2.974	25	3.6	2.023	10
1.6	2.145	25	3.7	2.012	10
1.9	2.005	10	3.8	2.042	10
1.10	2.047	10	3.9	2.036	10

2.1	2.002	10	3.10	2.009	10
2.2	2.052	10	3.11	2.016	10
2.3	1.980	10	3.12	2.019	10
2.4	2.235	10	3.13	2.02	10
2.5	2.093	10	3.14	2.012	10
2.6	2.002	10	3.15	2.066	10
2.9	2.016	10	3.16	2.023	10
2.10	2.014	10	3.17	2.074	10
3.1	2.031	10			

A partir de la curva de calibración se continuó con la determinación de las concentraciones de cada uno de los experimentos como se muestra la tabla 11 la cual indica las concentraciones y las condiciones en que se llevaron a cabo.

Tabla 11. Concentraciones arrojadas de absorción atómica de las fases acuosas. Con tres lecturas y 5 seg. de retención para cada lectura.

Muestra identificada	Concentración (mg./L)	%RSD	Absorbancia promedio		Lecturas	
1ser1.1	4.082	4.200	0.010	0.010	0.010	0.009
1ser1.2	5.941	1.100	0.014	0.014	0.014	0.014
1ser1.3	6.779	1.300	0.016	0.017	0.016	0.016
1ser1.4	10.149	1.300	0.024	0.025	0.024	0.024
1ser1.5	58.787	0.300	0.143	0.143	0.143	0.144
1ser1.6	49.137	0.300	0.119	0.120	0.119	0.119
1ser1.9	63.580	28.500	0.155	0.104	0.180	0.182
1ser1.10	74.239	0.400	0.182	0.183	0.181	0.182
2ser2.1	102.982	0.800	0.255	0.254	0.254	0.257
2ser2.2	40.407	0.300	0.098	0.098	0.098	0.098
2ser2.3	61.156	0.800	0.149	0.150	0.150	0.148
2ser2.4	63.326	0.600	0.155	0.154	0.156	0.154
2ser2.5	85.810	0.700	0.211	0.213	0.210	0.210
2ser2.6	96.750	0.300	0.239	0.240	0.238	0.239
2ser2.9	90.530	0.900	0.223	0.221	0.223	0.225
2ser2.10	128.278	0.600	0.320	0.320	0.322	0.319
3ser3.1	101.927	1.400	0.252	0.248	0.253	0.256
3ser3.2	60.885	0.700	0.149	0.149	0.150	0.148
3ser3.3	94.608	0.300	0.234	0.233	0.234	0.234
3ser3.4	73.153	0.800	0.179	0.180	0.178	0.180
3ser3.5	60.223	0.900	0.147	0.146	0.146	0.148
3ser3.6	44.672	0.700	0.108	0.108	0.108	0.109
3ser3.7	60.507	0.600	0.148	0.149	0.148	0.147



3ser3.8	61.013	0.300	0.149	0.150	0.149	0.149
3ser3.9	62.630	0.100	0.153	0.153	0.153	0.153
3ser3.10	66.567	0.800	0.163	0.161	0.163	0.164
3ser3.11	18.017	0.400	0.043	0.044	0.043	0.043
3ser3.12	25.195	0.400	0.061	0.061	0.061	0.060
3ser3.13	31.657	0.700	0.076	0.077	0.076	0.076
3ser3.14	41.169	0.500	0.100	0.099	0.100	0.100
3ser3.15	50.904	0.700	0.124	0.123	0.125	0.124
3ser3.16	57.077	0.500	0.139	0.138	0.139	0.140
3ser3.17	64.209	0.200	0.157	0.157	0.157	0.157

En la tabla 12 se muestra las concentraciones en ppm de hierro obtenidas de las F.A y también se muestra las concentraciones que se obtuvieron de las muestras diluidas, las cuales fueron detectadas por el equipo de EAA. Estos datos que arrojaron el EAA fueron tratados para saber las concentraciones obtenidas de la extracción de Hierro de la F.A, como ya se sabe fueron diluidas para saber que concentración, las cuales se determinaron por retroceso esto significa que se tomaron los datos obtenidos en las lecturas de EAA a partir de ellos se le hizo un tratamiento inverso al cálculo de aforo. Todos estos datos son utilizados para posteriormente calcular las constantes de extracción

$$\text{concentrac i3n ppm (EAA)} \left( \frac{\text{volumen de aforo}}{\text{masa tomada}} \right) = \text{concentrac i3n ppm total (F.A)}$$

Tabla 12. mg de Fe (III) obtenida de cada una de las fases acuosas, estas fueron analizadas en absorci3n at3mica para la cuantificaci3n del cati3n y calculadas para la obtenci3n de la concentraci3n inicial de cada experimento.

Fe en F.A.S.E		Fe en F.A.S.E	
experimentos	mg	experimentos	mg
1.1	0.2041	3.2	0.60885
1.2	0.29705	3.3	0.94608
1.3	0.33895	3.4	0.73153
1.4	0.50745	3.5	0.60223
1.5	1.469675	3.6	0.44672
1.6	1.228425	3.7	0.60507
1.9	0.6358	3.8	0.61013
1.10	0.74239	3.9	0.6263
2.1	1.02982	3.10	0.66567
2.2	0.40407	3.11	0.18017
2.3	0.61156	3.12	0.25195
2.4	0.63326	3.13	0.31657
2.5	0.8581	3.14	0.41169
2.6	0.9675	3.15	0.50904
2.9	0.9053	3.16	0.57077
2.10	1.28278	3.17	0.64209

### 5.3.4 ESTANDARIZACIÓN DE SOSA.

La estandarización de la sosa se hizo 2 veces, una para estandarizar la NaOH con la que se valoro la 1 seria de extracciones y la segunda, para la estandarización de la misma con la que se valoro la segunda y tercera serie de extracciones, cada una de estas estandarizaciones se hicieron por cuadruplicado para confirmar los volúmenes de punto de equivalencia. En las tablas 13a) y 13b) aparece los datos obtenidos de la estandarización y su concentración media obtenida. La concentración que se obtuvo de NaOH para la primera serie fue de 5.845 M la cual se muestra en la tabla 13 a) para este experimento se tomo una alícuota de 25 mL de  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_8$  con una concentración de 0.353 N y para la segunda y tercera se tomo un promedio de 0.2956 gramos de  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_8$  disolviéndose en 25 mL de agua desionizada y se valoró con NaOH diluido 5:50 la cual se muestra en la tabla 13, b).

Tabla 13. Volumen de NaOH y masa de  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_8$  gastado para la estandarización de NaOH  
a) para la primera serie

$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_8$ (mL)	NaOH (mL)	Concentración molar de NaOH
25	1.5	5.898
25	2.1	4.213
25	1.5	5.898
25	1.2	7.373

$$\bar{X} = 5.845 \text{ M NaOH}$$

b) para la segunda y tercera serie

$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_8$ (g)	NaOH (mL)	Concentración molar total de NaOH
0.2952	9.5	6.086
0.2955	9.7	6.092
0.2959	9.6	6.100
0.2961	9.7	6.104

$$\bar{X} = 6.095 \text{ M NaOH}$$

### 5.3.5 CUANTIFICACIÓN DEL ÁCIDO FOSFÓRICO DE LAS FASES ACUOSAS.

#### Titulación con NaOH

En la tabla 14 se muestran los resultados obtenidos de las valoraciones de las fases acuosas de cada uno de los sistemas de estudio. Se incluyen los volúmenes de punto de equivalencia así como la fracción molar y su masa del ácido fosfórico total en fase acuosa libre de éter isopropílico. La fracción molar fue utilizada en la determinación de las constantes de extracción.

Tabla 14. Volúmenes de punto de equivalencia en la titulación del  $H_3PO_4$ , masa determinada en gramos y fracción molar del  $H_3PO_4$  en la fase acuosa.

Experimento	Masa en g tomada de la fase acuosa	Concentración M del NaOH	vol P.E	$m_{H_3PO_4}$ F.A.S.E	Fracción molar del $H_3PO_4$
1.1	1.019	0.290	11	9.992	0.201
1.2	1.000	1.470	3.5	17.98	0.388
1.3	1.001	1.470	4	22.719	0.501
1.4	1.001	1.470	4.3	20.205	0.609
1.5	1.010	0.290	25	20.638	0.635
1.6	1.003	0.290	25	21.399	0.656
1.9	0.998	1.470	4.6	19.775	0.484
1.10	1.003	1.470	4.3	14.928	0.588
2.1	0.999	1.470	1.9	0.089	0.201
2.2	0.999	1.470	3.1	0.468	0.386
2.3	1.001	1.470	3.6	0.857	0.497
2.4	1.000	1.470	4.2	0.666	0.608
2.5	1.000	1.470	4.5	0.393	0.633
2.6	1.000	1.470	4.2	0.499	0.656
2.9	0.997	1.470	4	0.095	0.483
2.10	0.997	1.470	4.1	0.278	0.587
3.1	1.033	0.737	8	6.456	0.500
3.2	1.009	0.737	10	0.548	0.399
3.3	1.009	0.737	9.5	0.553	0.294
3.4	1.002	0.737	7.5	0.357	0.199
3.5	1.001	0.295	12	0.421	0.100
3.6	1.000	0.295	20	10.6	0.500
3.7	1.000	0.300	20	3.937	0.400
3.8	1.000	0.300	20	1.81	0.299
3.9	1.001	0.300	21.5	0.844	0.199
3.10	1.000	0.300	4	3.566	0.099
3.11	1.010	0.300	6	3.083	0.148

3.12	1.000	0.300	8.5	3.009	0.191
3.13	1.000	0.300	11.5	3.193	0.249
3.14	1.000	0.300	14.5	3.041	0.299
3.15	1.010	0.300	18	2.86	0.331
3.16	1.000	0.300	22.5	2.958	0.389
3.17	1.000	0.300	22.5	2.755	0.399

Tabla 15. Datos para la titulación potenciométrica de 1.019 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> con NaOH 0.2949 M (experimento 1.1).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$
0.000	1.626	0.000	9.000	2.696	0.470	18.000	6.925	0.168
0.500	1.650	0.048	9.500	2.829	0.266	18.500	7.017	0.184
1.000	1.680	0.060	10.000	3.012	0.366	19.000	7.118	0.202
1.500	1.715	0.070	10.500	3.376	0.728	19.500	7.259	0.282
2.000	1.715	0.000	<b>11.000</b>	<b>5.003</b>	<b>3.254</b>	20.000	7.399	0.280
2.500	1.754	0.078	11.500	5.434	0.862	20.500	7.645	0.492
3.000	1.821	0.134	12.000	5.716	0.564	<b>21.000</b>	<b>7.902</b>	<b>0.514</b>
3.500	1.863	0.084	12.500	5.933	0.434	21.500	9.117	2.430
4.000	1.902	0.078	13.000	6.060	0.254	22.000	10.046	1.858
4.500	1.957	0.110	13.500	6.180	0.240	22.500	10.383	0.674
5.000	1.997	0.080	14.000	6.275	0.190	23.000	10.571	0.376
5.500	2.058	0.122	14.500	6.357	0.164	23.500	10.716	0.290
6.000	2.130	0.144	15.000	6.443	0.172	24.000	10.799	0.166
6.500	2.187	0.114	15.500	6.512	0.138	24.500	10.909	0.220
7.000	2.248	0.122	16.000	6.608	0.192	25.000	10.961	0.104
7.500	2.379	0.262	16.500	6.668	0.120	25.500	11.019	0.116
8.000	2.461	0.164	17.000	6.766	0.196	26.000	11.091	0.144
8.500	2.461	0.000	17.500	6.841	0.150			

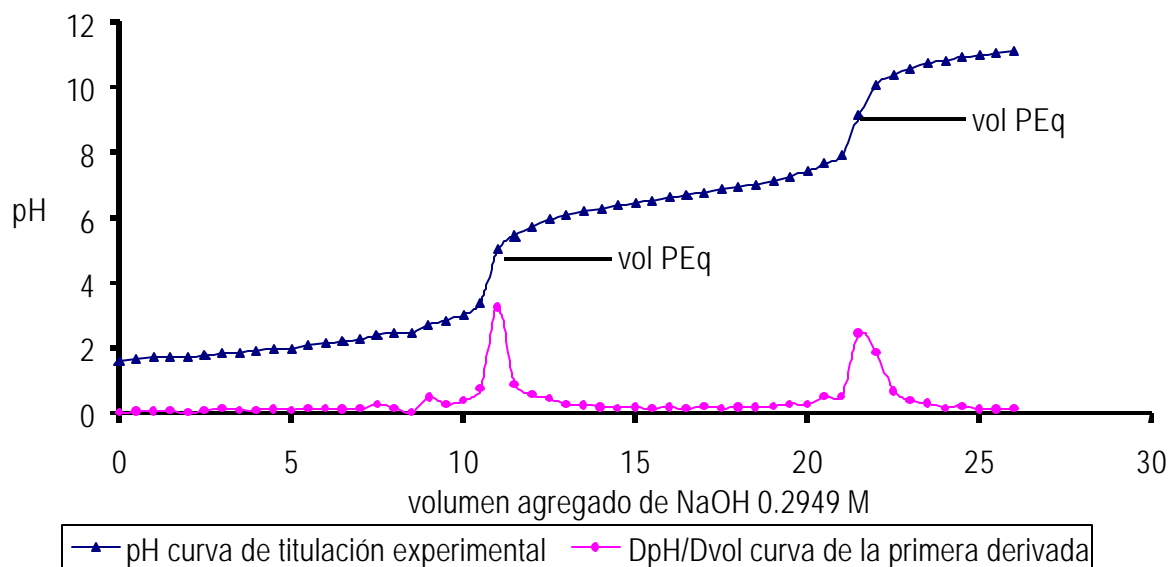


Figura 12. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.1. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 16. Datos para la titulación potenciométrica de 1 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 1.2).

Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) ) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.270	0	3	3.073	1.378	6	8.036	1.018
0.5	1.393	0.246	<b>3.5</b>	<b>5.917</b>	<b>5.688</b>	<b>6.5</b>	<b>10.786</b>	<b>5.500</b>
1	1.566	0.346	4	6.506	1.178	7	11.772	1.972
1.5	1.776	0.420	4.5	6.866	0.720	7.5	11.909	0.274
2	2.03	0.508	5	7.183	0.634	8	12.274	0.730
2.5	2.384	0.708	5.5	7.527	0.688			

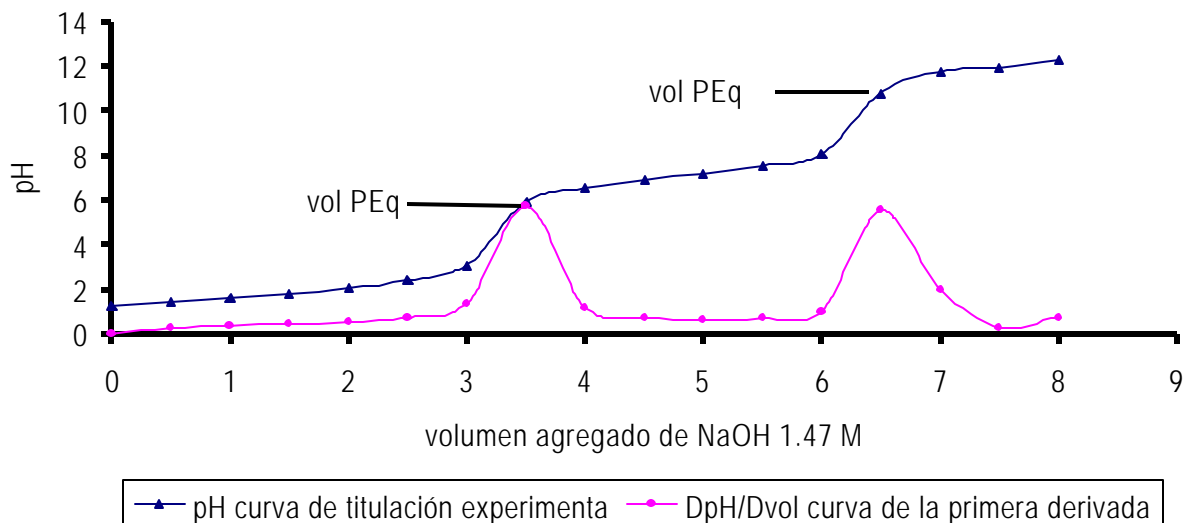


Figura 13. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.2. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 17. Datos para la titulación potenciométrica de 1.001 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 1.3).

Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vo$ l	Vol(mL) NaOH	Ph	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.270	0	3	2.392	0.676	6	7.195	0.556
0.25	1.298	0.112	3.25	2.565	0.692	6.25	7.335	0.560
0.5	1.346	0.192	3.5	2.868	1.212	6.5	7.480	0.580
0.75	1.412	0.264	3.75	3.509	2.564	7.75	7.650	0.680
1	1.488	0.304	<b>4</b>	<b>5.428</b>	<b>7.676</b>	8	7.855	0.820
1.25	1.571	0.332	4.25	5.957	2.116	8.25	8.134	1.116
1.5	1.662	0.364	4.5	6.243	1.144	8.5	8.637	2.012
1.75	1.748	0.344	4.75	6.453	0.840	<b>8.75</b>	<b>10.678</b>	<b>8.164</b>
2	1.843	0.380	5	6.624	0.684	9	11.338	2.640
2.25	1.953	0.440	5.25	6.774	0.600	9.25	11.643	1.220
2.5	2.077	0.496	5.5	6.918	0.576	9.5	11.854	0.844
2.75	2.223	0.584	5.75	7.056	0.552	9.75	12.022	0.672

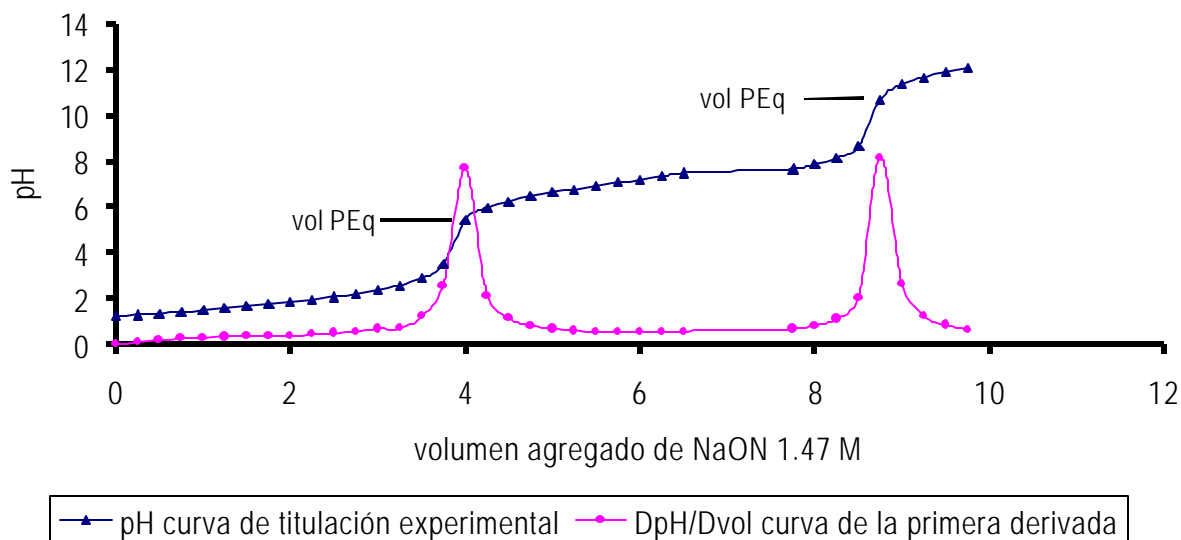


Figura 14. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.3 En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 18. Datos para la titulación potenciométrica de 1.001 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 1.4).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.257	0	3.3	2.332	0.145	6.2	6.885	0.120
0.4	1.288	0.077	3.4	2.398	0.165	6.3	6.929	0.110
0.5	1.302	0.035	3.5	2.466	0.170	6.4	6.977	0.120
0.6	1.322	0.050	3.6	2.622	0.390	6.5	7.026	0.122
0.7	1.343	0.052	3.7	2.718	0.240	6.6	7.074	0.120
0.8	1.370	0.067	3.8	2.813	0.237	6.7	7.122	0.120
0.9	1.397	0.067	3.9	2.944	0.327	6.8	7.171	0.122
1	1.425	0.070	4	3.22	0.690	6.9	7.291	0.300
1.1	1.450	0.062	4.1	3.536	0.790	7	7.342	0.127
1.2	1.480	0.075	4.2	4.259	1.807	7.1	7.421	0.197
1.3	1.512	0.080	<b>4.3</b>	<b>5.09</b>	<b>2.077</b>	7.2	7.449	0.070
1.4	1.541	0.072	4.4	5.446	0.890	7.3	7.563	0.285
1.5	1.574	0.082	4.5	5.667	0.552	7.4	7.626	0.157
1.6	1.604	0.075	4.6	5.828	0.402	7.5	7.695	0.172
1.7	1.643	0.097	4.7	5.955	0.317	7.6	7.768	0.182
1.8	1.677	0.085	4.8	6.057	0.255	7.7	7.848	0.200
1.9	1.711	0.085	4.9	6.188	0.327	7.8	7.938	0.225
2	1.748	0.092	5	6.267	0.197	7.9	8.04	0.255
2.1	1.783	0.087	5.1	6.338	0.177	8	8.163	0.307
2.2	1.822	0.097	5.2	6.406	0.170	8.1	8.315	0.380
2.3	1.862	0.100	5.3	6.468	0.155	8.2	8.52	0.512
2.4	1.900	0.095	5.4	6.528	0.150	8.3	8.835	0.787
2.5	1.942	0.105	5.5	6.582	0.1350	8.4	9.507	1.680
2.6	1.985	0.1075	5.6	6.638	0.140	<b>8.5</b>	<b>10.478</b>	<b>2.427</b>
2.7	2.026	0.1025	5.7	6.69	0.130	8.6	10.886	1.020

2.8	2.072	0.115	5.8	6.742	0.130	8.7	11.114	0.570
2.9	2.117	0.1125	5.9	6.779	0.0925	8.8	11.271	0.392
3	2.166	0.1225	6	6.788	0.0225	8.9	11.40	0.322
3.1	2.220	0.135	6.1	6.837	0.1225	9	11.503	0.257
3.2	2.274	0.135						

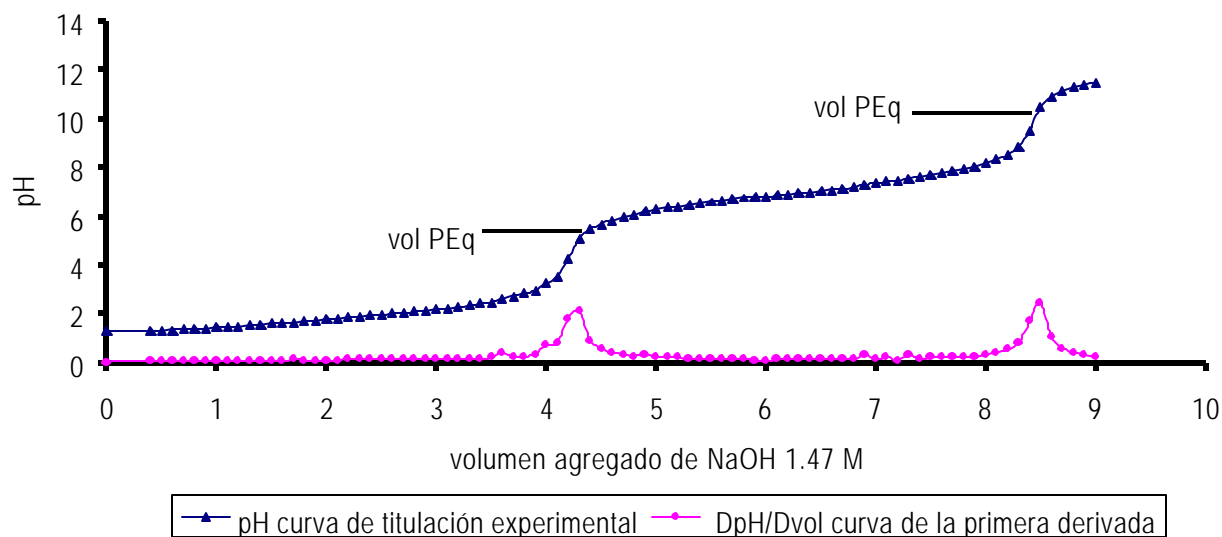


Figura 15. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.4. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 19. Datos para la titulación potencimétrica de 1.010 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 1.5).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.451	0	19.5	2.491	0.086	38.5	6.661	0.068
0.5	1.454	0.006	20	2.548	0.114	39	6.696	0.070
1	1.461	0.014	20.5	2.605	0.114	39.5	6.731	0.070
1.5	1.468	0.014	21	2.670	0.130	40	6.766	0.070
2	1.478	0.020	21.5	2.736	0.132	40.5	6.803	0.074
2.5	1.488	0.020	22	2.813	0.154	41	6.842	0.078
3	1.504	0.032	22.5	2.897	0.168	41.5	6.877	0.070
3.5	1.519	0.030	23	3.017	0.240	42	6.905	0.056
4	1.540	0.042	23.5	3.163	0.292	42.5	6.952	0.094
4.5	1.556	0.032	24	3.392	0.458	43	6.988	0.072
5	1.571	0.030	24.5	3.711	0.638	43.5	7.031	0.086
5.5	1.590	0.038	<b>25</b>	<b>4.55</b>	<b>1.678</b>	44	7.077	0.092
6	1.615	0.050	25.5	4.988	0.876	44.5	7.129	0.104
6.5	1.634	0.038	26	5.261	0.546	45	7.185	0.112
7	1.655	0.042	26.5	5.431	0.34	45.5	7.240	0.110
7.5	1.679	0.048	27	5.548	0.234	46	7.285	0.090
8	1.707	0.056	27.5	5.653	0.21	46.5	7.362	0.154
8.5	1.732	0.050	28	5.729	0.152	47	7.439	0.154



9	1.756	0.048	28.5	5.812	0.166	47.5	7.521	0.164
9.5	1.781	0.050	29	5.876	0.128	48	7.619	0.196
10	1.809	0.056	29.5	5.945	0.138	48.5	7.75	0.262
10.5	1.837	0.056	30	5.998	0.106	49	7.913	0.326
11	1.882	0.090	30.5	6.049	0.102	49.5	8.166	0.506
11.5	1.909	0.054	31	6.096	0.094	50	8.768	1.204
12	1.934	0.050	31.5	6.14	0.088	<b>50.5</b>	<b>9.516</b>	<b>1.496</b>
12.5	1.964	0.060	32	6.194	0.108	51	9.867	0.702
13	1.994	0.060	32.5	6.223	0.058	51.5	10.062	0.390
13.5	2.021	0.054	33	6.265	0.084	52	10.209	0.294
14	2.052	0.062	33.5	6.303	0.076	52.5	10.325	0.232
14.5	2.089	0.074	34	6.343	0.08	53	10.420	0.190
15	2.122	0.066	34.5	6.38	0.074	53.5	10.485	0.130
15.5	2.164	0.084	35	6.412	0.064	54	10.549	0.128
16	2.198	0.068	35.5	6.452	0.08	54.5	10.605	0.112
16.5	2.234	0.072	36	6.486	0.068	55	10.661	0.112
17	2.271	0.074	36.5	6.524	0.076	55.5	10.702	0.082
17.5	2.316	0.090	37	6.559	0.07	56	10.748	0.092
18	2.354	0.076	37.5	6.589	0.06	56.5	10.79	0.084
18.5	2.393	0.078	38	6.627	0.076	57	10.821	0.062
19	2.448	0.110						

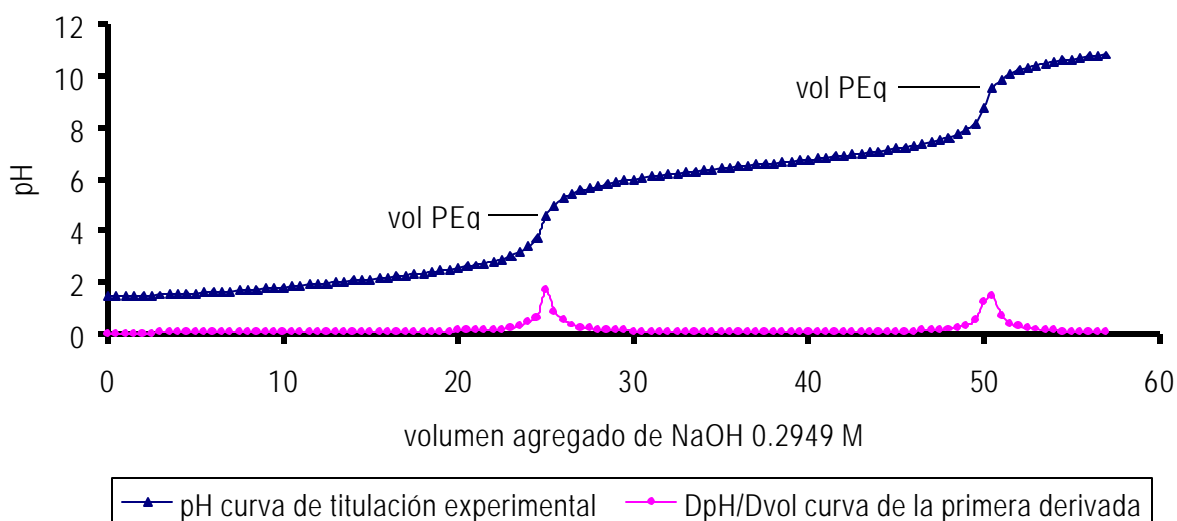


Figura 16. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.5. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 20. Datos para la titulación potenciométrica de 1.003 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> con NaOH 0. 2949 M (experimento 1.6).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta$ pH/ $\Delta$ vol	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta$ pH/ $\Delta$ vol	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta$ pH/ $\Delta$ vol
0	2.009	0	19	3.084	0.098	38	7.149	0.062
0.5	2.014	0.01	19.5	3.133	0.098	38.5	7.189	0.080
1	2.024	0.02	20	3.188	0.11	39	7.222	0.066
1.5	2.042	0.036	20.5	3.245	0.114	39.5	7.260	0.076
2	2.063	0.042	21	3.299	0.108	40	7.324	0.128
2.5	2.081	0.036	21.5	3.385	0.172	40.5	7.366	0.084
3	2.109	0.056	22	3.463	0.156	41	7.406	0.080
3.5	2.126	0.034	22.5	3.562	0.198	41.5	7.446	0.080
4	2.158	0.064	23	3.672	0.22	42	7.496	0.100
4.5	2.183	0.05	23.5	3.812	0.28	42.5	7.536	0.080
5	2.204	0.042	24	4.038	0.452	43	7.572	0.072
5.5	2.223	0.038	24.5	4.446	0.816	43.5	7.618	0.092
6	2.257	0.068	<b>25</b>	<b>5.265</b>	<b>1.638</b>	44	7.669	0.102
6.5	2.278	0.042	25.5	5.686	0.842	44.5	7.719	0.100
7	2.302	0.048	26	5.886	0.4	45	7.777	0.116
7.5	2.328	0.052	26.5	6.021	0.27	45.5	7.834	0.114
8	2.354	0.052	27	6.138	0.234	46	7.908	0.148
8.5	2.382	0.056	27.5	6.256	0.236	46.5	7.984	0.152
9	2.409	0.054	28	6.336	0.16	47	8.075	0.182
9.5	2.441	0.064	28.5	6.391	0.11	47.5	8.180	0.210
10	2.467	0.052	29	6.467	0.152	48	8.282	0.204
10.5	2.495	0.056	29.5	6.521	0.108	48.5	8.456	0.348
11	2.523	0.056	30	6.572	0.102	49	8.817	0.722
11.5	2.555	0.064	30.5	6.619	0.094	<b>49.5</b>	<b>9.534</b>	<b>1.434</b>
12	2.583	0.056	31	6.664	0.09	50	10.12	1.172
12.5	2.612	0.058	31.5	6.711	0.094	50.5	10.443	0.646
13	2.647	0.070	32	6.751	0.08	51	10.618	0.350
13.5	2.673	0.052	32.5	6.793	0.084	51.5	10.760	0.284
14	2.703	0.060	33	6.793	0	52	10.863	0.206
14.5	2.738	0.070	33.5	6.833	0.08	52.5	10.951	0.176
15	2.772	0.068	34	6.870	0.074	53	11.032	0.162
15.5	2.808	0.072	34.5	6.908	0.076	53.5	11.093	0.122
16	2.837	0.058	35	6.941	0.066	54	11.149	0.112
16.5	2.875	0.076	35.5	6.978	0.074	54.5	11.198	0.098
17	2.912	0.074	36	7.013	0.07	55	11.253	0.110
17.5	2.956	0.088	36.5	7.049	0.072	55.5	11.293	0.080
18	2.989	0.066	37	7.082	0.066	56	11.329	0.072
18.5	3.035	0.092	37.5	7.118	0.072			

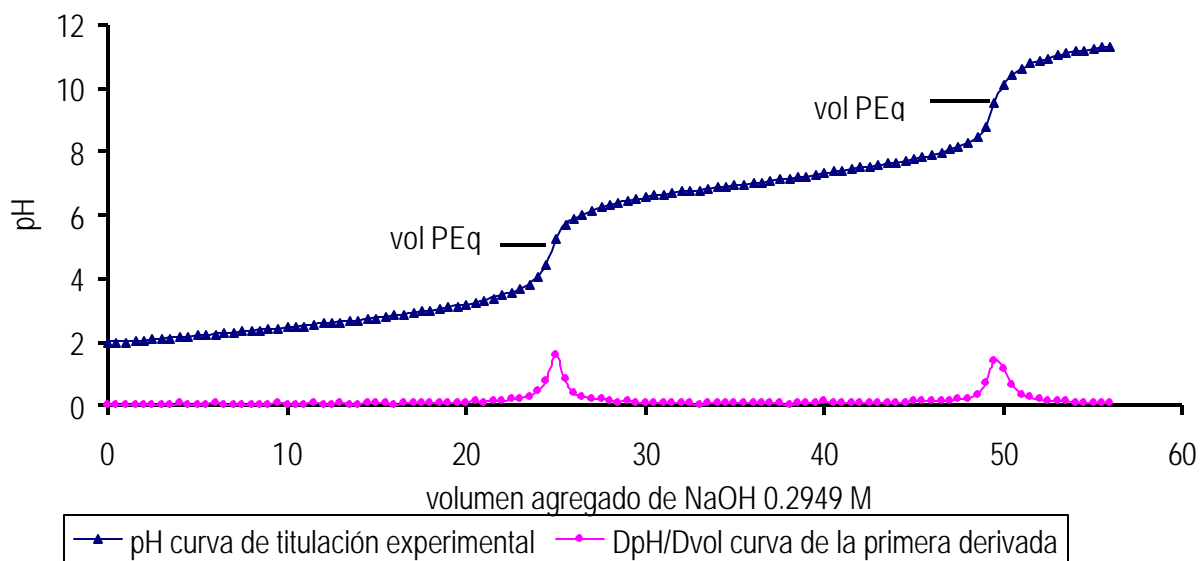


Figura 17. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.6. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 21. Datos para la titulación potenciométrica de 0.998 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 1.9).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.183	0	3.3	2.193	0.520	6.5	6.868	0.480
0.1	1.186	0.030	3.4	2.249	0.560	6.6	6.915	0.470
0.2	1.194	0.080	3.5	2.309	0.600	6.7	6.963	0.480
0.3	1.203	0.090	3.6	2.368	0.590	6.8	7.009	0.460
0.4	1.215	0.120	3.7	2.439	0.710	6.9	7.056	0.470
0.5	1.230	0.150	3.8	2.516	0.770	7	7.102	0.460
0.6	1.250	0.20	3.9	2.603	0.870	7.1	7.150	0.480
0.7	1.273	0.230	4	2.701	0.980	7.2	7.199	0.490
0.8	1.291	0.180	4.1	2.821	1.20	7.3	7.247	0.480
0.9	1.313	0.220	4.2	2.969	1.480	7.4	7.297	0.500
1	1.350	0.370	4.3	3.169	2.000	7.5	7.347	0.500
1.1	1.368	0.180	4.4	3.466	2.970	7.6	7.397	0.500
1.2	1.391	0.230	4.5	4.101	6.350	7.7	7.452	0.550
1.3	1.420	0.290	<b>4.6</b>	<b>4.966</b>	<b>8.650</b>	7.8	7.508	0.560
1.4	1.443	0.230	4.7	5.360	3.940	7.9	7.568	0.600
1.5	1.494	0.510	4.8	5.593	2.330	8	7.655	0.870
1.6	1.522	0.280	4.9	5.760	1.670	8.1	7.722	0.670
1.7	1.559	0.370	5	5.896	1.360	8.2	7.794	0.720
1.8	1.596	0.370	5.1	6.004	1.080	8.3	7.870	0.760
1.9	1.627	0.310	5.2	6.099	0.950	8.4	7.957	0.870
2	1.659	0.320	5.3	6.183	0.840	8.5	8.057	1.000
2.1	1.688	0.290	5.4	6.256	0.730	8.6	8.175	1.180
2.2	1.724	0.360	5.5	6.326	0.700	8.7	8.320	1.450
2.3	1.756	0.320	5.6	6.391	0.650	8.8	8.513	1.930
2.4	1.791	0.350	5.7	6.452	0.610	8.9	8.806	2.930

2.5	1.830	0.390	5.8	6.511	0.590	9	9.440	6.340
2.6	1.869	0.390	5.9	6.567	0.560	<b>9.1</b>	<b>10.413</b>	<b>9.730</b>
2.7	1.911	0.420	6	6.620	0.530	9.2	10.821	4.080
2.8	1.952	0.410	6.1	6.673	0.530	9.3	11.055	2.340
2.9	1.995	0.430	6.2	6.722	0.490	9.4	11.221	1.660
3	2.040	0.450	6.3	6.772	0.50	9.5	11.348	1.270
3.1	2.089	0.490	6.4	6.820	0.480	9.6	11.385	0.370
3.2	2.141	0.520						

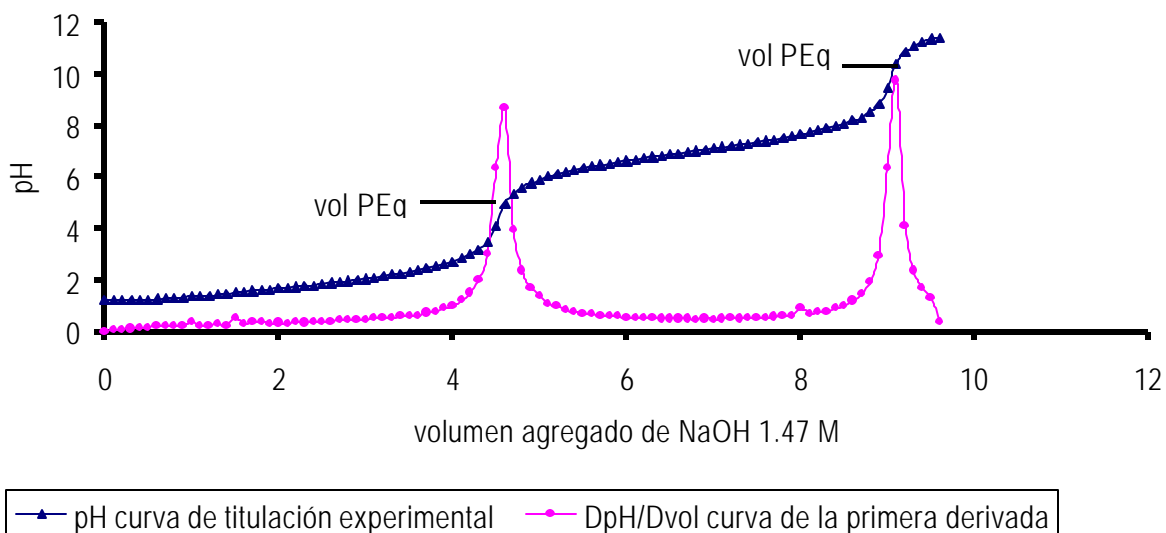


Figura 18. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.9. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 22. Datos para la titulación potenciométrica de 1.003 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 1.10).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.194	0	3.1	2.19	0.530	6.2	6.907	0.500
0.1	1.200	0.060	3.2	2.248	0.580	6.3	6.957	0.500
0.2	1.209	0.090	3.3	2.313	0.650	6.4	7.006	0.490
0.3	1.223	0.140	3.4	2.384	0.710	6.5	7.056	0.500
0.4	1.242	0.190	3.5	2.46	0.760	6.6	7.107	0.510
0.5	1.265	0.230	3.6	2.545	0.850	6.7	7.155	0.480
0.6	1.284	0.190	3.7	2.641	0.960	6.8	7.208	0.530
0.7	1.305	0.210	3.8	2.755	1.140	6.9	7.260	0.520
0.8	1.330	0.250	3.9	2.892	1.370	7	7.313	0.530
0.9	1.359	0.290	4	3.072	1.800	7.1	7.368	0.550
1	1.380	0.210	4.1	3.323	2.510	7.2	7.424	0.560
1.1	1.404	0.240	4.2	3.803	4.800	7.3	7.480	0.560
1.2	1.432	0.280	<b>4.3</b>	<b>4.790</b>	<b>9.870</b>	7.4	7.541	0.610
1.3	1.463	0.310	4.4	5.297	5.070	7.5	7.608	0.670
1.4	1.493	0.300	4.5	5.568	2.710	7.6	7.679	0.710

1.5	1.530	0.370	4.6	5.754	1.860	7.7	7.756	0.770
1.6	1.560	0.300	4.7	5.896	1.420	7.8	7.839	0.830
1.7	1.588	0.280	4.8	6.012	1.160	7.9	7.934	0.950
1.8	1.630	0.420	4.9	6.108	0.960	8	8.041	1.070
1.9	1.664	0.340	5	6.197	0.890	8.1	8.171	1.300
2	1.700	0.360	5.1	6.274	0.770	8.2	8.333	1.620
2.1	1.735	0.350	5.2	6.345	0.710	8.3	8.558	2.250
2.2	1.779	0.440	5.3	6.412	0.670	8.4	8.938	3.800
2.3	1.822	0.430	5.4	6.476	0.640	<b>8.5</b>	<b>9.873</b>	<b>9.350</b>
2.4	1.860	0.380	5.5	6.537	0.610	8.6	10.612	7.390
2.5	1.907	0.470	5.6	6.593	0.560	8.7	10.930	3.180
2.6	1.951	0.440	5.7	6.649	0.560	8.8	11.138	2.080
2.7	1.995	0.440	5.8	6.703	0.540	8.9	11.288	1.500
2.8	2.043	0.480	5.9	6.755	0.520	9	11.406	1.180
2.9	2.087	0.440	6	6.806	0.510	9.1	11.506	1.000
3	2.137	0.500	6.1	6.857	0.510	9.2	11.593	0.870

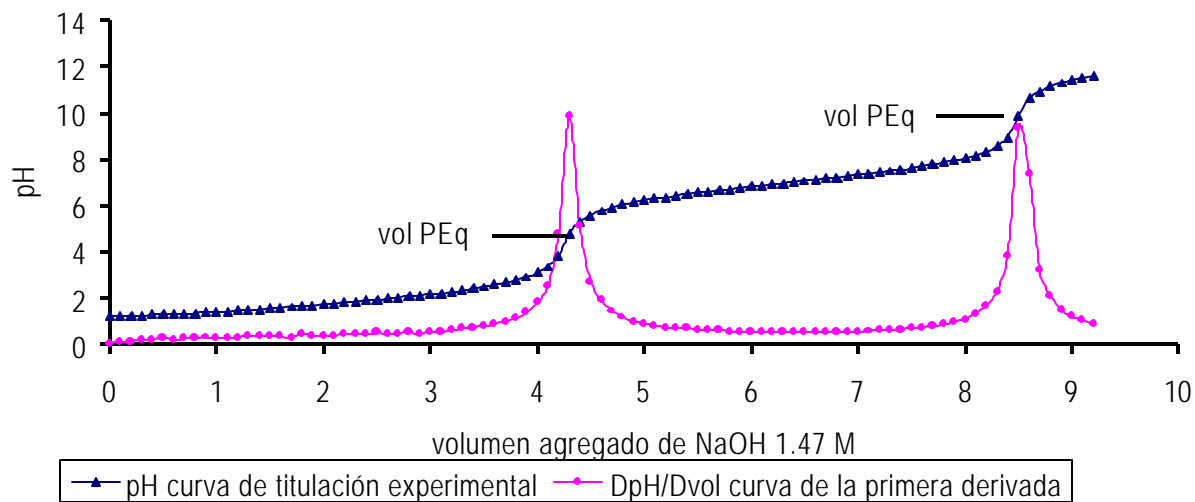


Figura 19. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 1.10. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 23. Datos para la titulación potenciométrica de 0.999 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.1).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.527	0	1.4	2.439	1.280	2.8	7.226	1.100
0.1	1.548	0.210	1.5	2.600	1.610	2.9	7.336	1.100
0.2	1.579	0.310	1.6	2.817	2.170	3	7.452	1.160
0.3	1.619	0.400	1.7	3.152	3.350	3.1	7.579	1.270
0.4	1.663	0.440	1.8	4.154	10.020	3.2	7.722	1.430
0.5	1.711	0.480	<b>1.9</b>	<b>5.692</b>	<b>15.380</b>	3.3	7.889	1.670
0.6	1.767	0.560	2	6.093	4.010	3.4	8.108	2.190
0.7	1.828	0.610	2.1	6.333	2.400	3.5	8.436	3.280

0.8	1.886	0.580	2.2	6.507	1.740	3.6	9.377	9.410
0.9	1.956	0.700	2.3	6.653	1.460	<b>3.7</b>	<b>11.065</b>	<b>16.880</b>
1	2.035	0.790	2.4	6.782	1.290	3.8	11.478	4.130
1.1	2.113	0.780	2.5	6.900	1.180	3.9	11.719	2.410
1.2	2.206	0.930	2.6	7.013	1.130	4	11.89	1.710
1.3	2.311	1.050	2.7	7.116	1.030	4.1	12.032	1.420

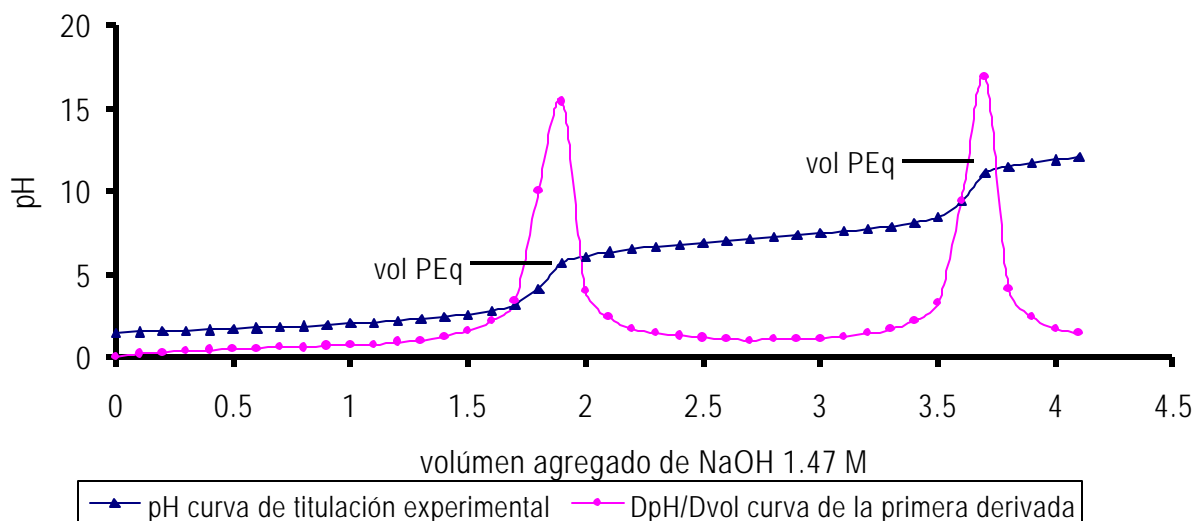


Figura 20. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.1. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 24. Datos para la titulación potenciométrica de 0.999 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.2).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.275	0	2.3	2.353	0.810	4.6	7.121	0.680
0.1	1.288	0.130	2.4	2.442	0.890	4.7	7.186	0.650
0.2	1.307	0.190	2.5	2.547	1.050	4.8	7.255	0.690
0.3	1.332	0.250	2.6	2.673	1.260	4.9	7.323	0.680
0.4	1.362	0.300	2.7	2.826	1.530	5	7.396	0.730
0.5	1.391	0.290	2.8	3.023	1.970	5.1	7.471	0.750
0.6	1.429	0.380	2.9	3.323	3.000	5.2	7.55	0.790
0.7	1.464	0.350	3	4.05	7.270	5.3	7.637	0.870
0.8	1.508	0.440	<b>3.1</b>	<b>5.276</b>	<b>12.260</b>	5.4	7.733	0.960
0.9	1.546	0.380	3.2	5.681	4.050	5.5	7.838	1.050
1	1.588	0.420	3.3	5.922	2.410	5.6	7.962	1.240
1.1	1.628	0.400	3.4	6.096	1.740	5.7	8.111	1.490
1.2	1.670	0.420	3.5	6.236	1.400	5.8	8.303	1.920
1.3	1.720	0.500	3.6	6.354	1.180	5.9	8.591	2.880
1.4	1.769	0.490	3.7	6.451	0.970	6	9.180	5.890
1.5	1.817	0.480	3.8	6.542	0.910	<b>6.1</b>	<b>10.545</b>	<b>13.650</b>
1.6	1.878	0.610	3.9	6.624	0.820	6.2	11.050	5.050

1.7	1.935	0.570	4	6.701	0.770	6.3	11.308	2.580
1.8	1.999	0.640	4.1	6.777	0.760	6.4	11.482	1.740
1.9	2.062	0.630	4.2	6.848	0.710	6.5	11.614	1.320
2	2.126	0.640	4.3	6.918	0.700	6.6	11.726	1.120
2.1	2.195	0.690	4.4	6.987	0.690	6.7	11.821	0.950

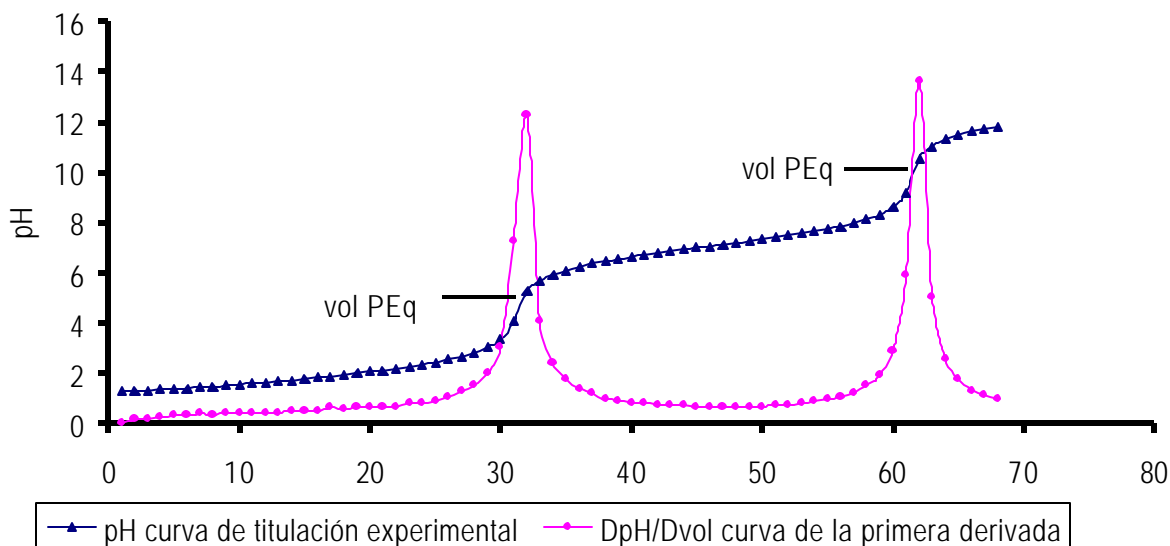


Figura 21. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.2. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 25. Datos para la titulación potenciométrica de 1.001 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.3).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	Ph	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.265	0	2.7	2.331	0.730	5.3	7.042	0.570
0.1	1.271	0.060	2.8	2.415	0.840	5.4	7.100	0.580
0.2	1.285	0.140	2.9	2.502	0.870	5.5	7.157	0.570
0.3	1.301	0.160	3	2.601	0.990	5.6	7.214	0.570
0.4	1.321	0.200	3.1	2.717	1.160	5.8	7.263	0.490
0.5	1.337	0.160	3.2	2.858	1.410	5.9	7.322	0.590
0.6	1.376	0.390	3.3	3.043	1.850	6	7.383	0.610
0.7	1.402	0.260	3.4	3.318	2.750	6.1	7.446	0.630
0.8	1.432	0.300	3.5	3.878	5.600	6.2	7.515	0.690
0.9	1.459	0.270	<b>3.6</b>	<b>5.031</b>	<b>11.530</b>	6.3	7.587	0.720
1	1.489	0.300	3.7	5.509	4.780	6.4	7.665	0.780
1.1	1.522	0.330	3.8	5.765	2.560	6.5	7.747	0.820
1.2	1.566	0.440	3.9	5.945	1.800	6.6	7.843	0.960
1.3	1.597	0.310	4	6.085	1.400	6.7	7.949	1.060
1.4	1.634	0.370	4.1	6.201	1.160	6.8	8.072	1.230
1.5	1.679	0.450	4.2	6.301	1.000	6.9	8.227	1.550
1.6	1.721	0.420	4.3	6.391	0.900	7	8.436	2.090
1.7	1.762	0.410	4.4	6.472	0.810	7.1	8.766	3.300
1.8	1.817	0.550	4.5	6.545	0.730	<b>7.2</b>	<b>10.278</b>	<b>15.120</b>

1.9	1.861	0.440	4.6	6.615	0.700	7.3	10.870	5.920
2	1.908	0.470	4.7	6.682	0.670	7.4	11.148	2.780
2.1	1.960	0.520	4.8	6.747	0.650	7.5	11.333	1.850
2.2	2.016	0.560	4.9	6.807	0.600	7.6	11.469	1.360
2.3	2.071	0.550	5	6.867	0.600	7.7	11.585	1.160
2.4	2.132	0.610	5.1	6.927	0.600	7.8	11.676	0.910

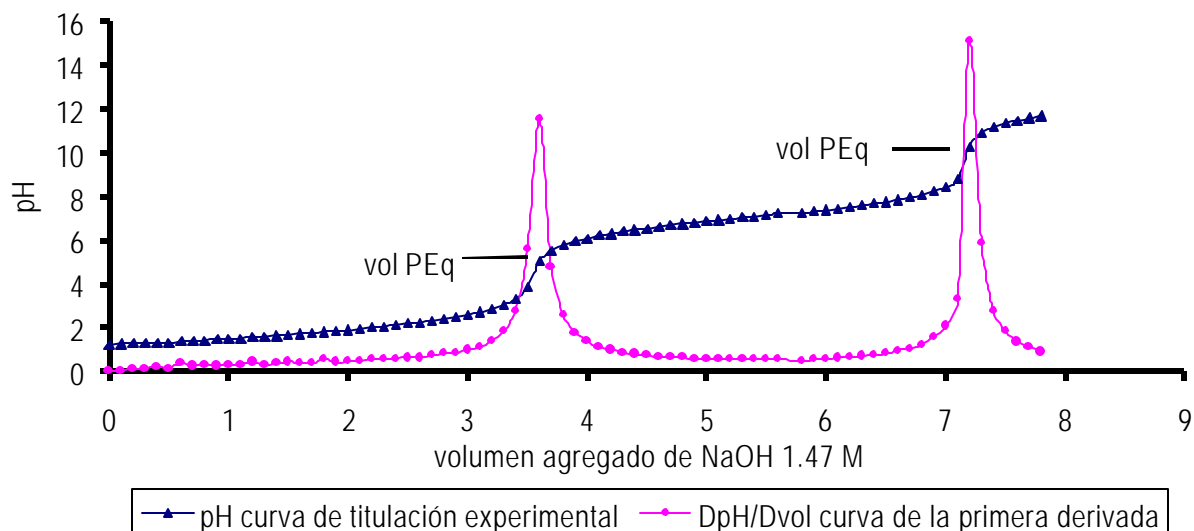


Figura 22. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.3. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 26. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.4).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.186	0	3.1	2.267	0.610	6.1	6.953	0.500
0.1	1.195	0.090	3.2	2.335	0.680	6.2	7.003	0.500
0.2	1.204	0.090	3.3	2.405	0.700	6.3	7.053	0.500
0.3	1.215	0.110	3.4	2.496	0.910	6.4	7.103	0.500
0.4	1.233	0.180	3.5	2.584	0.880	6.5	7.153	0.500
0.5	1.262	0.290	3.6	2.681	0.970	6.6	7.203	0.500
0.6	1.297	0.350	3.7	2.800	1.190	6.7	7.255	0.520
0.7	1.315	0.180	3.8	2.945	1.450	6.8	7.308	0.530
0.8	1.335	0.200	3.9	3.136	1.910	6.9	7.363	0.550
0.9	1.369	0.340	4	3.428	2.920	7	7.420	0.570
1	1.393	0.240	4.1	4.049	6.210	7.3	7.491	0.710
1.1	1.422	0.290	<b>4.2</b>	<b>5.013</b>	<b>9.640</b>	7.4	7.517	0.260
1.2	1.451	0.290	4.3	5.430	4.170	7.5	7.579	0.620
1.3	1.478	0.270	4.4	5.668	2.380	7.6	7.647	0.680
1.4	1.510	0.320	4.5	5.833	1.650	7.7	7.719	0.720
1.5	1.545	0.350	4.6	5.965	1.320	7.8	7.802	0.830
1.6	1.582	0.370	4.7	6.072	1.070	7.9	7.892	0.900
1.7	1.614	0.320	4.8	6.168	0.960	8	7.997	1.050
1.8	1.651	0.370	4.9	6.252	0.840	8.1	8.122	1.250



1.9	1.688	0.370	5	6.327	0.750	8.2	8.276	1.540
2	1.733	0.450	5.1	6.399	0.720	8.3	8.484	2.080
2.1	1.774	0.410	5.2	6.464	0.650	8.4	8.807	3.230
2.2	1.821	0.470	5.3	6.525	0.610	8.5	9.598	7.910
2.3	1.860	0.390	5.4	6.585	0.600	<b>8.6</b>	<b>10.529</b>	<b>9.310</b>
2.4	1.903	0.430	5.5	6.640	0.550	8.7	10.901	3.720
2.5	1.945	0.420	5.6	6.696	0.560	8.8	11.117	2.160
2.6	1.991	0.460	5.7	6.750	0.540	8.9	11.271	1.540
2.7	2.039	0.480	5.8	6.801	0.510	9	11.391	1.200
2.8	2.090	0.510	5.9	6.851	0.500	9.1	11.490	0.990
2.9	2.145	0.550	6	6.903	0.520	9.2	11.532	0.420

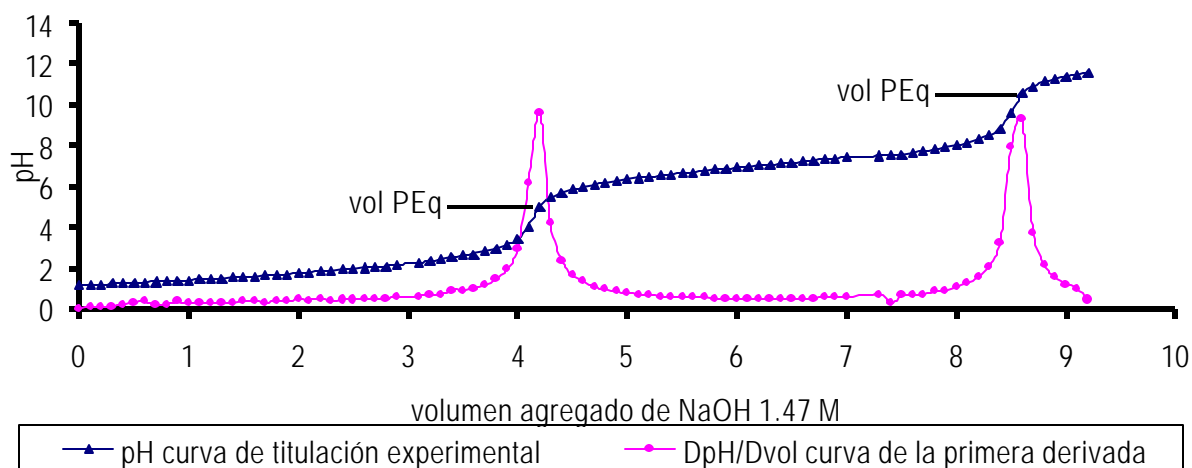


Figura 23. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.4. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 27. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.5).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.067	0	3.3	2.204	0.56	6.7	6.861	0.480
0.1	1.076	0.09	3.4	2.263	0.59	6.8	6.908	0.470
0.2	1.095	0.19	3.5	2.327	0.64	6.9	6.956	0.480
0.3	1.119	0.24	3.6	2.399	0.72	7	7.004	0.480
0.4	1.144	0.25	3.7	2.404	0.05	7.1	7.053	0.490
0.5	1.172	0.28	3.8	2.48	0.76	7.2	7.103	0.500
0.6	1.199	0.27	3.9	2.571	0.91	7.3	7.153	0.500
0.7	1.226	0.27	4	2.676	1.05	7.4	7.203	0.500
0.8	1.252	0.26	4.1	2.804	1.280	7.5	7.258	0.550
0.9	1.28	0.28	<b>4.2</b>	<b>2.971</b>	<b>1.670</b>	7.6	7.309	0.510
1	1.307	0.27	4.3	3.201	2.300	7.7	7.366	0.570
1.1	1.333	0.26	4.4	3.602	4.010	7.8	7.426	0.600
1.2	1.368	0.35	4.5	4.54	9.380	7.9	7.489	0.630

1.3	1.399	0.310	4.6	5.142	6.020	8	7.556	0.670
1.4	1.430	0.310	4.7	5.441	2.990	8.1	7.629	0.730
1.5	1.462	0.320	4.8	5.636	1.950	8.2	7.710	0.810
1.6	1.497	0.350	4.9	5.778	1.420	8.3	7.800	0.900
1.7	1.530	0.330	5	5.894	1.160	8.4	7.903	1.030
1.8	1.565	0.350	5.1	5.994	1.000	8.5	8.023	1.200
1.9	1.600	0.350	5.2	6.08	0.860	<b>8.6</b>	<b>8.171</b>	<b>1.480</b>
2	1.636	0.360	5.3	6.157	0.770	8.7	8.369	1.980
2.1	1.672	0.360	5.4	6.229	0.720	8.8	8.670	3.010
2.2	1.706	0.340	5.5	6.294	0.650	8.9	9.314	6.440
2.3	1.748	0.420	5.7	6.348	0.540	9	10.306	9.920
2.4	1.787	0.390	5.8	6.404	0.560	9.1	10.732	4.260
2.5	1.822	0.350	5.9	6.461	0.570	9.2	10.972	2.400
2.6	1.864	0.420	6	6.515	0.540	9.3	11.141	1.690
2.7	1.907	0.430	6.1	6.568	0.530	9.4	11.272	1.310
2.8	1.952	0.450	6.2	6.619	0.510	9.5	11.380	1.080
2.9	1.997	0.450	6.3	6.667	0.480	9.6	11.473	0.930
3	2.046	0.490	6.4	6.716	0.490	9.7	11.554	0.810

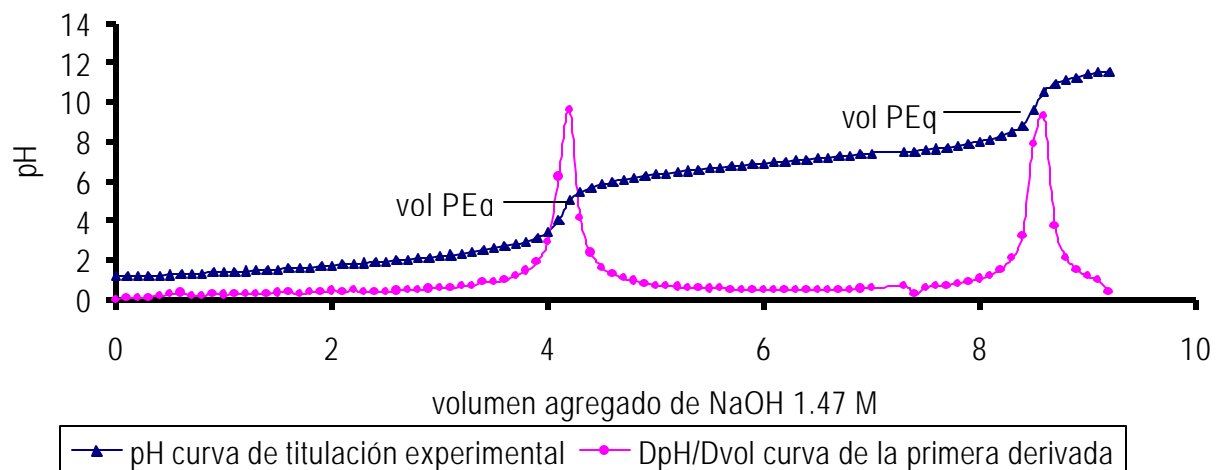
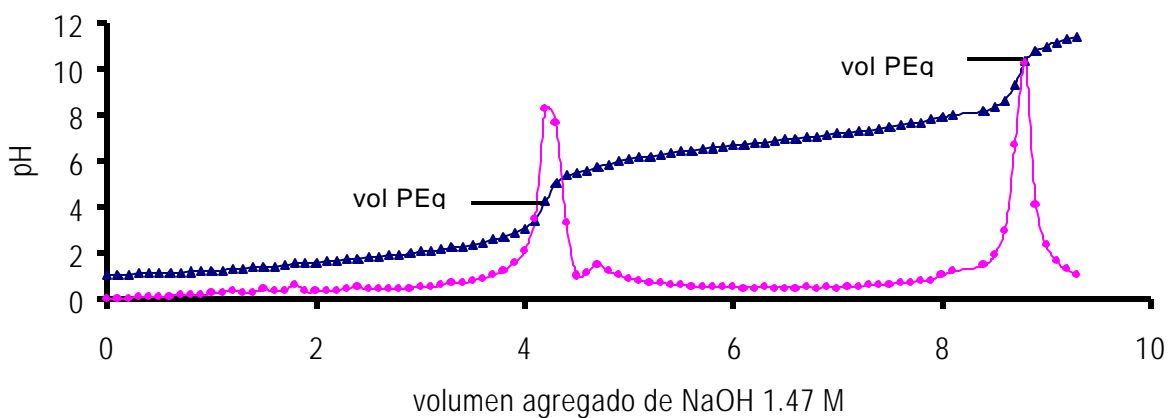


Figura 24. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.5. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 28. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.6).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.091	0	3.1	2.117	0.560	6.2	6.801	0.500
0.1	1.096	0.050	3.2	2.179	0.620	6.3	6.852	0.510
0.2	1.099	0.030	3.3	2.254	0.750	6.4	6.901	0.490
0.3	1.110	0.110	3.4	2.325	0.710	6.5	6.951	0.500

0.4	1.122	0.120	3.5	2.405	0.800	6.6	7.000	0.490
0.5	1.133	0.110	3.6	2.497	0.920	6.7	7.052	0.520
0.6	1.148	0.150	3.7	2.603	1.060	6.8	7.100	0.480
0.7	1.170	0.220	3.8	2.726	1.230	6.9	7.153	0.530
0.8	1.190	0.200	3.9	2.884	1.580	7	7.203	0.500
0.9	1.210	0.200	4	3.097	2.130	7.1	7.258	0.550
1	1.236	0.260	4.1	3.450	3.530	7.2	7.314	0.560
1.1	1.265	0.290	<b>4.2</b>	<b>4.280</b>	<b>8.300</b>	7.3	7.373	0.590
1.2	1.304	0.390	4.3	5.046	7.660	7.4	7.433	0.600
1.3	1.333	0.290	4.4	5.382	3.360	7.5	7.499	0.660
1.4	1.364	0.310	4.5	5.484	1.020	7.6	7.568	0.690
1.5	1.406	0.420	4.6	5.599	1.150	7.7	7.642	0.740
1.6	1.441	0.350	4.7	5.752	1.530	7.8	7.723	0.810
1.7	1.475	0.340	4.8	5.876	1.240	7.9	7.808	0.850
1.8	1.538	0.630	4.9	5.983	1.070	8	7.913	1.050
1.9	1.571	0.330	5	6.076	0.930	8.1	8.034	1.210
2	1.604	0.330	5.1	6.159	0.830	8.4	8.181	1.470
2.1	1.643	0.390	5.2	6.232	0.730	8.5	8.375	1.940
2.2	1.683	0.400	5.3	6.302	0.700	8.6	8.673	2.980
2.3	1.727	0.440	5.4	6.367	0.650	8.7	9.346	6.730
2.4	1.779	0.520	5.5	6.43	0.630	<b>8.8</b>	<b>10.374</b>	<b>10.280</b>
2.5	1.822	0.430	5.6	6.488	0.580	8.9	10.788	4.140
2.6	1.867	0.450	5.7	6.539	0.510	9	11.023	2.350
2.7	1.911	0.440	5.8	6.595	0.560	9.1	11.189	1.660
2.8	1.956	0.450	5.9	6.648	0.530	9.2	11.318	1.290
2.9	2.006	0.500	6	6.701	0.530	9.3	11.423	1.050



—▲— pH curva de titulación experimental —●— DpH/Dvol curva de la primera derivada

Figura 25. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.6. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 29. Datos para la titulación potenciométrica de 0.997 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.9).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$
0	1.038	0	3	2.179	0.650	6	6.897	0.520
0.1	1.045	0.070	3.1	2.252	0.730	6.1	6.946	0.490
0.2	1.052	0.070	3.2	2.327	0.750	6.2	6.998	0.520
0.3	1.075	0.230	3.3	2.408	0.810	6.3	7.050	0.520
0.4	1.093	0.180	3.4	2.505	0.970	6.4	7.101	0.510
0.5	1.125	0.320	3.5	2.617	1.120	6.5	7.154	0.530
0.6	1.145	0.20	3.6	2.747	1.300	6.6	7.207	0.530
0.7	1.177	0.320	3.7	2.913	1.660	6.7	7.263	0.560
0.8	1.204	0.270	3.8	3.150	2.370	6.8	7.321	0.580
0.9	1.230	0.260	3.9	3.551	4.010	6.9	7.382	0.610
1	1.261	0.31	<b>4</b>	<b>4.506</b>	<b>9.55</b>	7	7.445	0.63
1.1	1.289	0.28	4.1	5.146	6.4	7.1	7.512	0.67
1.2	1.326	0.37	4.2	5.452	3.06	7.2	7.584	0.72
1.3	1.383	0.57	4.3	5.655	2.03	7.3	7.662	0.78
1.4	1.416	0.33	4.4	5.803	1.48	7.4	7.747	0.85
1.5	1.459	0.43	4.5	5.923	1.2	7.5	7.843	0.96
1.6	1.493	0.34	4.6	6.026	1.03	7.6	7.954	1.11
1.7	1.535	0.42	4.7	6.117	0.91	7.7	8.085	1.31
1.8	1.577	0.42	4.8	6.198	0.81	7.8	8.253	1.68
1.9	1.614	0.37	4.9	6.272	0.74	7.9	8.486	2.33
2	1.652	0.38	5	6.34	0.68	8	8.861	3.75
2.1	1.699	0.47	5.1	6.404	0.64	<b>8.1</b>	<b>9.857</b>	<b>9.96</b>
2.2	1.748	0.49	5.2	6.466	0.62	8.2	10.501	6.44
2.3	1.793	0.45	5.3	6.523	0.57	8.3	10.919	4.18
2.4	1.841	0.48	5.4	6.58	0.57	8.4	11.119	2
2.5	1.893	0.52	5.5	6.634	0.54	8.5	11.269	1.5
2.6	1.944	0.51	5.6	6.688	0.54	8.6	11.389	1.2
2.7	1.995	0.51	5.7	6.742	0.54	8.7	11.489	1
2.8	2.056	0.61	5.8	6.793	0.51	8.8	11.575	0.86

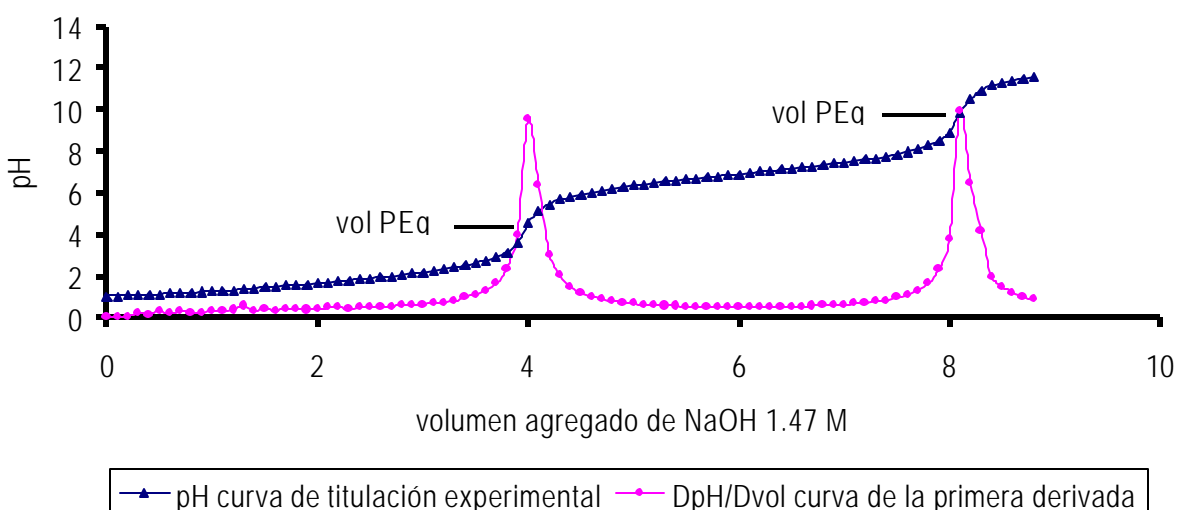


Figura 26. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.9. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 30. Datos para la titulación potenciométrica de 0.997 g  $H_3PO_4$  con NaOH 1.47 M (experimento 2.10).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.11	0	3	2.085	0.610	6.6	6.832	0.540
0.1	1.114	0.040	3.1	2.145	0.600	6.7	6.883	0.510
0.2	1.121	0.070	3.2	2.212	0.670	6.8	6.933	0.500
0.3	1.129	0.080	3.3	2.286	0.740	6.9	6.986	0.530
0.4	1.146	0.170	3.4	2.367	0.810	7	7.037	0.510
0.5	1.164	0.180	3.5	2.457	0.900	7.1	7.090	0.530
0.6	1.181	0.170	3.6	2.566	1.090	7.2	7.143	0.530
0.7	1.204	0.230	3.7	2.69	1.240	7.3	7.195	0.520
0.8	1.225	0.210	3.8	2.848	1.580	7.4	7.250	0.550
0.9	1.256	0.310	3.9	3.061	2.130	7.5	7.308	0.580
1	1.282	0.260	4	3.402	3.410	7.6	7.368	0.600
1.1	1.309	0.270	<b>4.1</b>	<b>4.238</b>	<b>8.360</b>	7.7	7.429	0.610
1.2	1.343	0.340	4.2	5.036	7.980	7.8	7.494	0.650
1.3	1.372	0.290	4.3	5.387	3.510	7.9	7.563	0.690
1.4	1.399	0.270	4.4	5.606	2.190	8	7.637	0.740
1.5	1.435	0.360	4.5	5.767	1.610	8.1	7.719	0.820
1.6	1.466	0.310	4.6	5.896	1.290	8.2	7.808	0.890
1.7	1.501	0.350	4.7	6.004	1.080	8.3	7.913	1.050
1.8	1.542	0.410	4.8	6.097	0.930	8.4	8.036	1.230
1.9	1.575	0.330	4.9	6.183	0.860	8.5	8.183	1.470
2	1.608	0.330	5	6.254	0.710	8.6	8.382	1.990
2.1	1.649	0.410	5.1	6.33	0.760	9.1	8.681	2.990
2.2	1.685	0.360	5.2	6.398	0.680	9.2	9.221	5.400
2.3	1.723	0.380	5.9	6.444	0.460	<b>9.3</b>	<b>10.323</b>	<b>11.020</b>

2.4	1.773	0.500	6	6.504	0.600	9.4	10.786	4.630
2.5	1.818	0.450	6.1	6.562	0.580	9.5	11.033	2.470
2.6	1.862	0.440	6.2	6.617	0.550	9.6	11.204	1.710
2.7	1.913	0.510	6.3	6.672	0.550	9.7	11.337	1.330
2.8	1.966	0.530	6.4	6.726	0.540	9.8	11.444	1.070
2.9	2.024	0.580	6.5	6.778	0.520	9.9	11.540	0.960

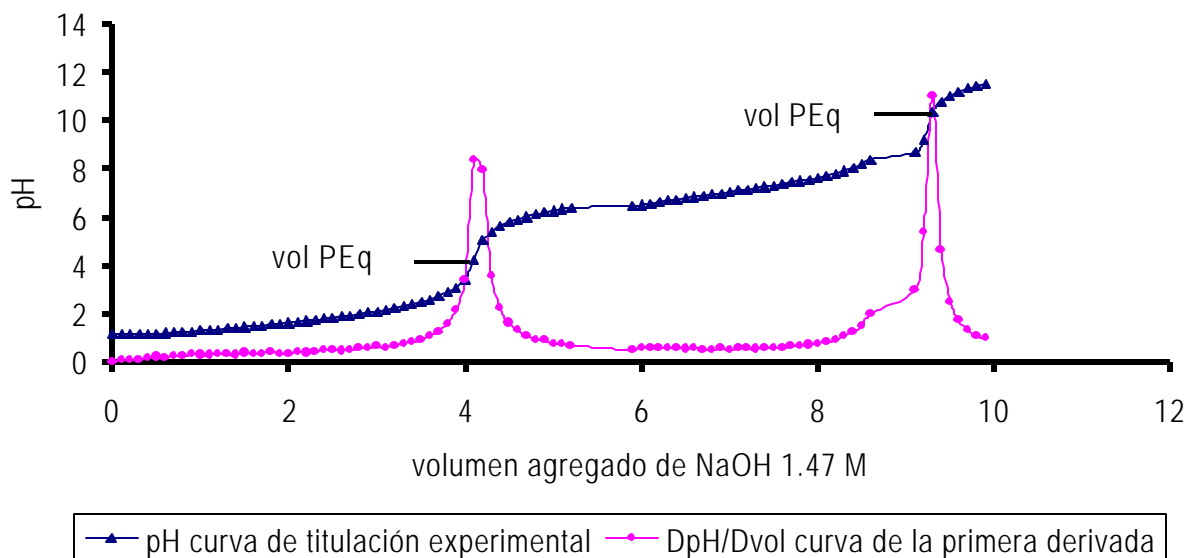


Figura 27. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 2.10. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 31. Datos para la titulación potenciométrica de 1.033 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.737 M (experimento 3.1).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.893	0	6.5	2.948	0.376	13	7.898	0.298
0.5	1.902	0.018	7	3.273	0.650	13.5	8.063	0.330
1	1.918	0.032	7.5	3.851	1.156	14	8.256	0.386
1.5	1.948	0.060	<b>8</b>	<b>5.831</b>	<b>3.960</b>	14.5	8.504	0.496
2	1.986	0.076	8.5	6.376	1.090	15	8.959	0.910
2.5	2.035	0.098	9	6.649	0.546	<b>15.5</b>	<b>10.968</b>	<b>4.018</b>
3	2.102	0.134	9.5	6.882	0.466	16	11.750	1.564
3.5	2.177	0.150	10	7.050	0.336	16.5	12.044	0.588
4	2.266	0.178	10.5	7.207	0.314	17	12.261	0.434
4.5	2.377	0.222	11	7.345	0.276	17.5	12.441	0.360
5	2.482	0.210	11.5	7.494	0.298	18	12.580	0.278
5.5	2.625	0.286	12	7.618	0.248	18.5	12.818	0.476
6	2.760	0.270	12.5	7.749	0.262			

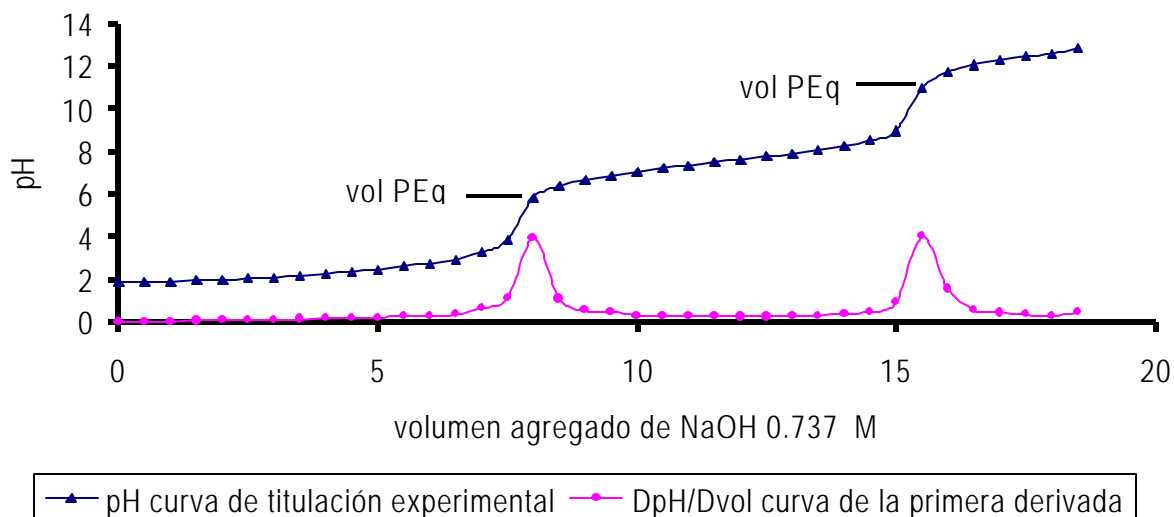


Figura 28. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.1. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 32. Datos para la titulación potenciométrica de 1.009 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.737 M (experimento 3.2).

Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.599	0	7.5	2.766	0.258	15	7.592	0.208
0.5	1.617	0.036	8	2.933	0.334	15.5	7.711	0.238
1	1.650	0.066	8.5	3.145	0.424	16	7.810	0.198
1.5	1.690	0.080	9	3.491	0.692	16.5	7.929	0.238
2	1.745	0.110	9.5	4.519	2.056	17	8.078	0.298
2.5	1.803	0.116	<b>10</b>	<b>5.923</b>	<b>2.808</b>	17.5	8.235	0.314
3	1.869	0.132	10.5	6.316	0.786	18	8.440	0.410
3.5	1.946	0.154	11	6.575	0.518	18.5	8.731	0.582
4	2.014	0.136	11.5	6.744	0.338	19	9.424	1.386
4.5	2.106	0.184	12	6.897	0.306	<b>19.5</b>	<b>11.224</b>	<b>3.600</b>
5	2.199	0.186	12.5	7.026	0.258	20	11.693	0.938
5.5	2.288	0.178	13	7.159	0.266	20.5	11.940	0.494
6	2.394	0.212	13.5	7.271	0.224	21	12.113	0.346
6.5	2.497	0.206	14	7.382	0.222	21.5	12.630	1.034
7	2.637	0.280	14.5	7.488	0.212			

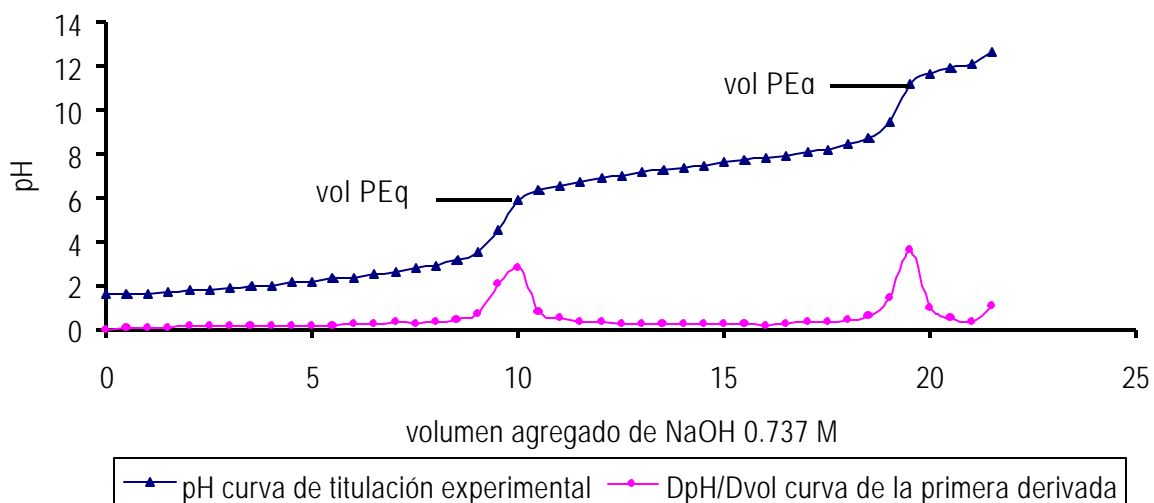


Figura 29. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.2. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 33. Datos para la titulación potenciométrica de 1.009 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.737 M (experimento 3.3).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.562	0	7.5	2.847	0.304	15	7.752	0.232
0.5	1.585	0.046	8	3.079	0.464	15.5	7.872	0.240
1	1.619	0.068	8.5	3.425	0.692	16	8.007	0.270
1.5	1.688	0.138	9	4.261	1.672	16.5	8.183	0.352
2	1.743	0.110	<b>9.5</b>	<b>5.912</b>	<b>3.302</b>	17	8.352	0.338
2.5	1.816	0.146	10	6.312	0.800	17.5	8.641	0.578
3	1.880	0.128	10.5	6.576	0.528	18	9.111	0.940
3.5	1.956	0.152	11	6.769	0.386	<b>18.5</b>	<b>10.917</b>	<b>3.612</b>
4	2.048	0.184	11.5	6.927	0.316	19	11.625	1.416
4.5	2.127	0.158	12	7.050	0.246	19.5	11.872	0.494
5	2.216	0.178	12.5	7.195	0.290	20	12.102	0.460
5.5	2.318	0.204	13	7.292	0.194	20.5	12.247	0.290
6	2.432	0.228	13.5	7.416	0.248	21	12.375	0.256
6.5	2.547	0.230	14	7.529	0.226	21.5	12.482	0.214



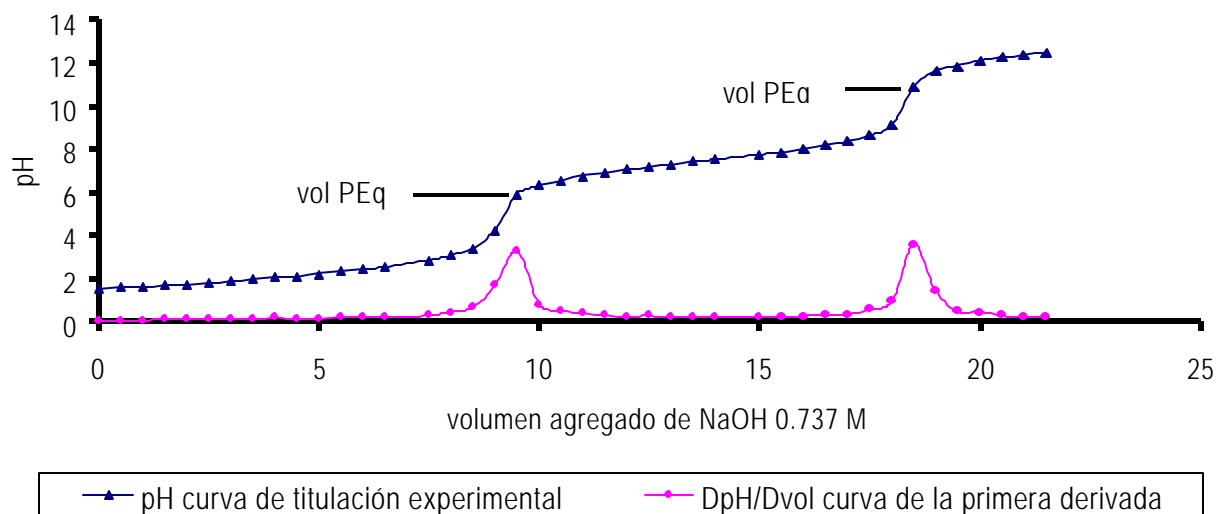


Figura 30. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.3. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 34. Datos para la titulación potenciométrica de 1.002 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.737 M (experimento 3.4).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.112	0	6.5	2.645	0.494	13	7.545	0.374
0.5	1.171	0.118	7	3.179	1.068	13.5	7.761	0.432
1	1.231	0.120	<b>7.5</b>	<b>5.161</b>	<b>3.964</b>	14	8.690	1.858
1.5	1.311	0.160	8	5.798	1.274	14.5	8.953	0.526
2	1.400	0.178	8.5	6.139	0.682	<b>15</b>	<b>10.652</b>	<b>3.398</b>
2.5	1.488	0.176	9	6.331	0.384	15.5	11.279	1.254
3	1.582	0.188	9.5	6.496	0.330	16	11.541	0.524
3.5	1.691	0.218	10	6.655	0.318	16.5	11.738	0.394
4	1.797	0.212	10.5	6.815	0.320	17	11.905	0.334
4.5	1.923	0.252	11	6.943	0.256	17.5	12.027	0.244
5	2.051	0.256	11.5	7.067	0.248	18	12.152	0.250
5.5	2.215	0.328	12	7.205	0.276	18.5	12.261	0.218
6	2.398	0.366	12.5	7.358	0.306	19	12.347	0.172

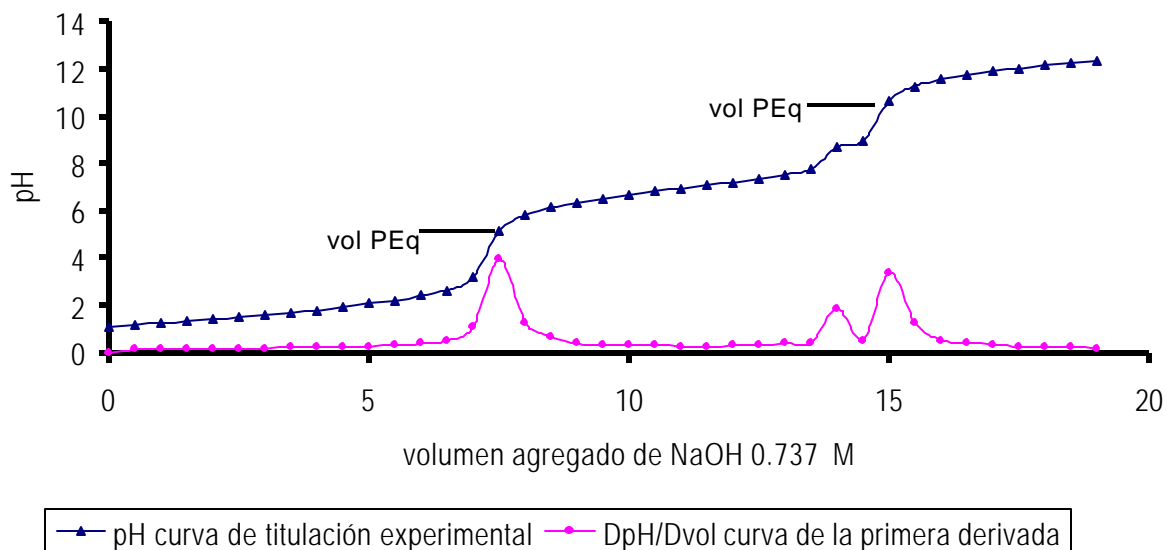


Figura 31. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.4. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 35. Datos para la titulación potenciométrica de 1.001 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.5).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.261	0	9.5	2.423	0.206	19	7.279	0.206
0.5	1.287	0.052	10	2.561	0.276	19.5	7.367	0.176
1	1.32	0.066	10.5	2.768	0.414	20	7.456	0.178
1.5	1.358	0.076	11	2.991	0.446	20.5	7.582	0.252
2	1.396	0.076	11.5	3.583	1.184	21	7.696	0.228
2.5	1.462	0.132	<b>12</b>	<b>5.107</b>	<b>3.048</b>	21.5	7.825	0.258
3	1.503	0.082	12.5	5.707	1.200	22	8.02	0.390
3.5	1.544	0.082	13	6.025	0.636	22.5	8.265	0.490
4	1.596	0.104	13.5	6.208	0.366	23	8.704	0.878
4.5	1.672	0.152	14	6.348	0.280	<b>23.5</b>	<b>10.241</b>	<b>3.074</b>
5	1.717	0.090	14.5	6.462	0.228	24	11.03	1.578
5.5	1.775	0.116	15	6.572	0.220	24.5	11.381	0.702
6	1.841	0.132	15.5	6.669	0.194	25	11.564	0.366
6.5	1.899	0.116	16	6.759	0.180	25.5	11.724	0.320
7	1.978	0.158	16.5	6.843	0.168	26	11.837	0.226
7.5	2.045	0.134	17	6.927	0.168	26.5	11.931	0.188
8	2.127	0.164	17.5	7.020	0.186	27	12.016	0.170
8.5	2.209	0.164	18	7.100	0.160	27.5	12.116	0.200
9	2.320	0.222	18.5	7.176	0.152	28	12.176	0.120

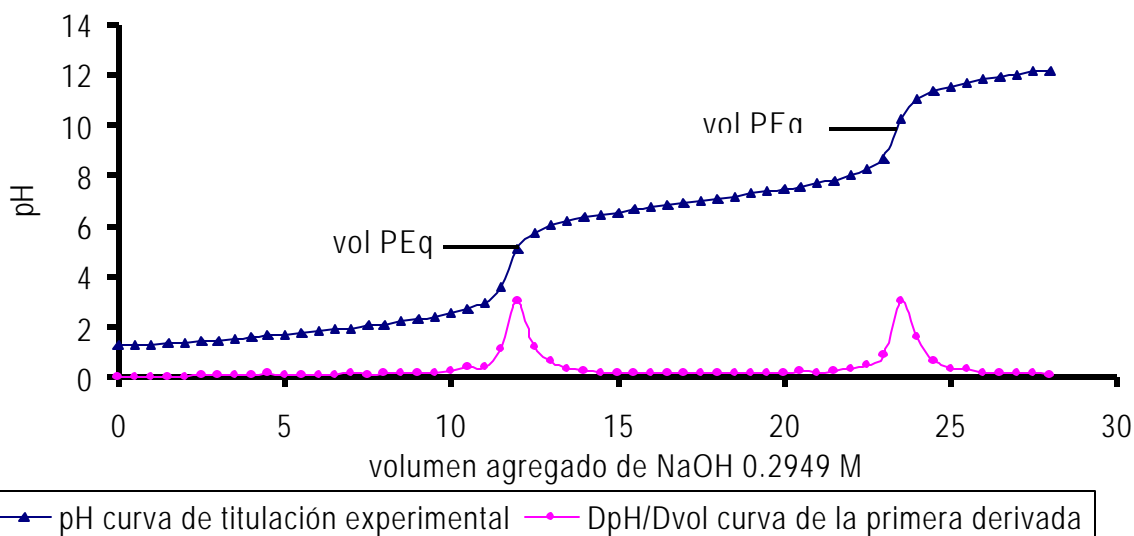


Figura 32. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.5. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 36. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.6).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.134	0	15	2.254	0.116	30	7.055	0.120
0.5	1.149	0.030	15.5	2.334	0.160	30.5	7.102	0.094
1	1.161	0.024	16	2.408	0.148	31	7.151	0.098
1.5	1.177	0.032	16.5	2.492	0.168	31.5	7.209	0.116
2	1.199	0.044	17	2.593	0.202	32	7.261	0.104
2.5	1.221	0.044	17.5	2.705	0.224	32.5	7.316	0.110
3	1.254	0.066	18	2.884	0.358	33	7.371	0.110
3.5	1.282	0.056	18.5	3.037	0.306	33.5	7.430	0.118
4	1.322	0.080	19	3.331	0.588	34	7.492	0.124
4.5	1.359	0.074	19.5	4.226	1.790	34.5	7.551	0.118
5	1.393	0.068	<b>20</b>	<b>5.141</b>	<b>1.830</b>	35	7.632	0.162
5.5	1.422	0.058	20.5	5.515	0.748	35.5	7.707	0.150
6	1.457	0.070	21	5.741	0.452	36	7.795	0.176
6.5	1.490	0.066	21.5	5.896	0.310	36.5	7.889	0.188
7	1.533	0.086	22	6.020	0.248	37	8.019	0.260
7.5	1.564	0.062	22.5	6.150	0.260	37.5	8.147	0.256
8	1.606	0.084	23	6.296	0.292	38	8.352	0.410
8.5	1.643	0.074	23.5	6.307	0.022	38.5	8.609	0.514
9	1.669	0.052	24	6.382	0.150	<b>39</b>	<b>9.321</b>	<b>1.424</b>
9.5	1.712	0.086	24.5	6.455	0.146	39.5	10.432	2.222
10	1.756	0.088	25	6.519	0.128	40	10.862	0.860
10.5	1.794	0.076	25.5	6.577	0.116	40.5	11.136	0.548
11	1.843	0.098	26	6.634	0.114	41	11.290	0.308
11.5	1.890	0.094	26.5	6.695	0.122	41.5	11.411	0.242
12	1.927	0.074	27	6.745	0.100	42	11.528	0.234

12.5	1.974	0.094	27.5	6.794	0.098	42.5	11.612	0.168
13	2.024	0.100	28	6.848	0.108	43	11.698	0.172
13.5	2.078	0.108	28.5	6.897	0.098	43.5	11.763	0.130
14	2.131	0.106	29	6.950	0.106	44	11.777	0.028
14.5	2.196	0.130	29.5	6.995	0.090			

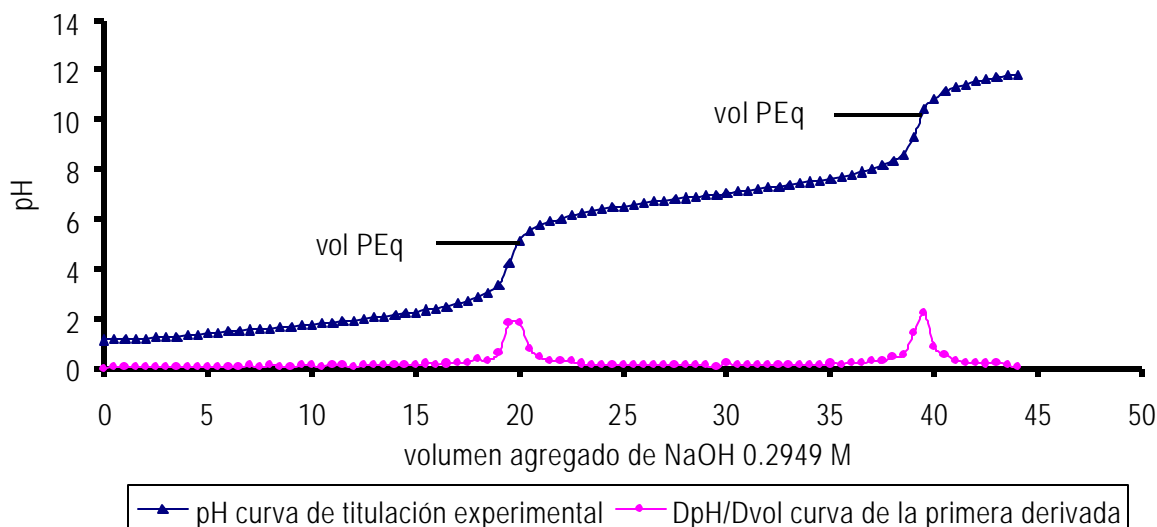


Figura 33. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.6. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 37. Datos para la titulación potenciométrica de 1.00 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.2949 M (experimento 3.7).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.134	0	15	2.216	0.120	30	7.019	0.106
0.5	1.138	0.008	15.5	2.286	0.140	30.5	7.069	0.100
1	1.148	0.020	16	2.358	0.144	31	7.118	0.098
1.5	1.162	0.028	16.5	2.437	0.158	31.5	7.163	0.090
2	1.180	0.036	17	2.541	0.208	32	7.224	0.122
2.5	1.199	0.038	17.5	2.652	0.222	32.5	7.266	0.084
3	1.217	0.036	18	2.805	0.306	33	7.329	0.126
3.5	1.239	0.044	18.5	2.955	0.300	33.5	7.376	0.094
4	1.264	0.050	19	3.226	0.542	34	7.444	0.136
4.5	1.289	0.050	19.5	3.725	0.998	34.5	7.502	0.116
5	1.317	0.056	<b>20</b>	<b>4.948</b>	<b>2.446</b>	35	7.563	0.122
5.5	1.349	0.064	20.5	5.399	0.902	35.5	7.644	0.162
6	1.378	0.058	21	5.657	0.516	36	7.718	0.148
6.5	1.408	0.060	21.5	5.836	0.358	36.5	7.803	0.170
7	1.435	0.054	22	5.965	0.258	37	7.903	0.200
7.5	1.472	0.074	22.5	6.086	0.242	37.5	8.039	0.272
8	1.508	0.072	23	6.182	0.192	38	8.183	0.288
8.5	1.583	0.150	23.5	6.270	0.176	38.5	8.337	0.308
9	1.625	0.084	24	6.333	0.126	39	8.678	0.682

9.5	1.664	0.078	24.5	6.409	0.152	39.5	9.323	1.290
10	1.708	0.088	25	6.483	0.148	<b>40</b>	<b>10.363</b>	<b>2.080</b>
10.5	1.753	0.090	25.5	6.547	0.128	40.5	10.799	0.872
11	1.802	0.098	26	6.601	0.108	41	11.062	0.526
11.5	1.841	0.078	26.5	6.656	0.110	41.5	11.239	0.354
12	1.889	0.096	27	6.710	0.108	42	11.372	0.266
12.5	1.938	0.098	27.5	6.759	0.098	42.5	11.479	0.214
13	1.984	0.092	28	6.808	0.098	43	11.556	0.154
13.5	2.044	0.120	28.5	6.870	0.124	43.5	11.651	0.190
14	2.098	0.108	29	6.918	0.096	44	11.718	0.134
14.5	2.156	0.116	29.5	6.966	0.096	44.5	11.781	0.126

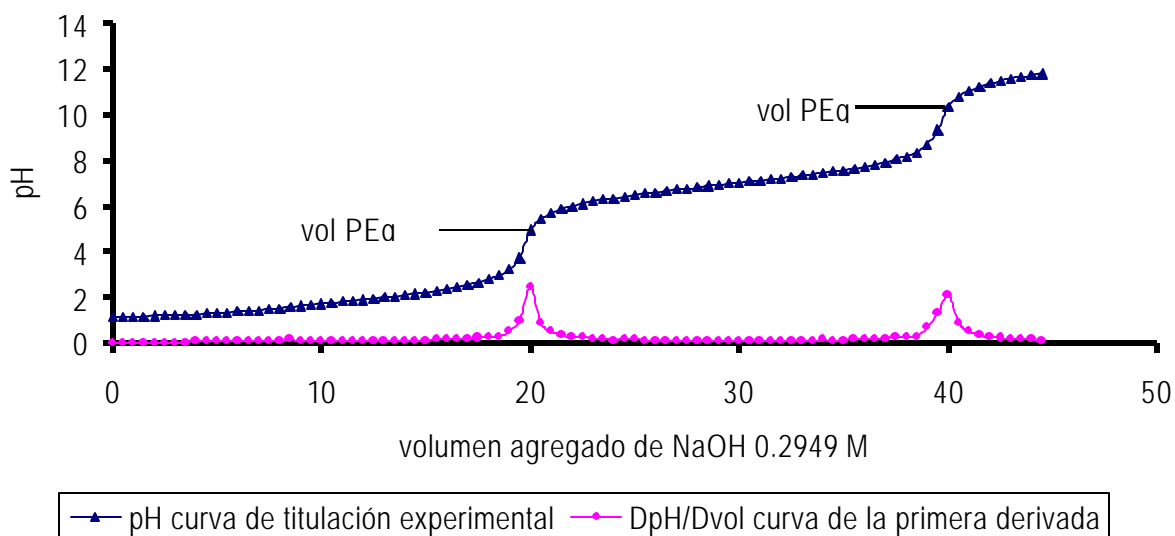
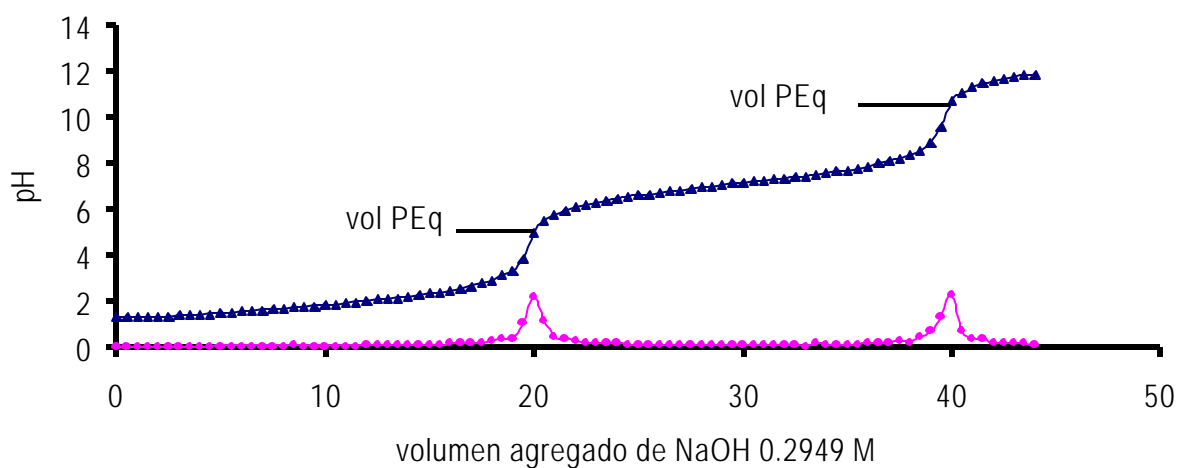


Figura 34. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.7. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 38. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.8).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.304	0	15	2.345	0.122	30	7.163	0.102
0.5	1.313	0.018	15.5	2.400	0.110	30.5	7.213	0.100
1	1.320	0.014	16	2.479	0.158	31	7.266	0.106
1.5	1.336	0.032	16.5	2.566	0.174	31.5	7.317	0.102
2	1.352	0.032	17	2.661	0.190	32	7.372	0.110
2.5	1.369	0.034	17.5	2.769	0.216	32.5	7.421	0.098
3	1.393	0.048	18	2.915	0.292	33	7.447	0.052
3.5	1.416	0.046	18.5	3.111	0.392	33.5	7.534	0.174
4	1.441	0.050	19	3.324	0.426	34	7.601	0.134
4.5	1.467	0.052	19.5	3.851	1.054	34.5	7.652	0.102
5	1.496	0.058	<b>20</b>	<b>4.954</b>	<b>2.206</b>	35	7.719	0.134
5.5	1.523	0.054	20.5	5.540	1.172	35.5	7.797	0.156
6	1.556	0.066	21	5.760	0.440	36	7.884	0.174

6.5	1.589	0.066	21.5	5.961	0.402	36.5	7.976	0.184
7	1.619	0.06	22	6.104	0.286	37	8.081	0.210
7.5	1.655	0.072	22.5	6.206	0.204	37.5	8.217	0.272
8	1.691	0.072	23	6.305	0.198	38	8.332	0.230
8.5	1.739	0.096	23.5	6.398	0.186	38.5	8.566	0.468
9	1.769	0.06	24	6.481	0.166	39	8.909	0.686
9.5	1.806	0.074	24.5	6.548	0.134	39.5	9.581	1.344
10	1.849	0.086	25	6.619	0.142	<b>40</b>	<b>10.741</b>	<b>2.320</b>
10.5	1.888	0.078	25.5	6.682	0.126	40.5	11.089	0.696
11	1.930	0.084	26	6.739	0.114	41	11.291	0.404
11.5	1.972	0.084	26.5	6.795	0.112	41.5	11.48	0.378
12	2.018	0.092	27	6.852	0.114	42	11.568	0.176
12.5	2.067	0.098	27.5	6.906	0.108	42.5	11.664	0.192
13	2.116	0.098	28	6.962	0.112	43	11.747	0.166
13.5	2.164	0.096	28.5	7.015	0.106	43.5	11.833	0.172
14	2.221	0.114	29	7.065	0.100	44	11.893	0.120



—▲— DpH/Dvol curva de la primera derivada —◆— DpH/Dvol curva de la primera derivada

Figura 35. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.8. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 39. Datos para la titulación potenciométrica de 1.010 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.9).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.376	0	15.5	2.364	0.118	31	7.124	0.096
0.5	1.380	0.008	16	2.421	0.114	31.5	7.172	0.096
1	1.388	0.016	16.5	2.484	0.126	32	7.22	0.096
1.5	1.401	0.026	17	2.555	0.142	32.5	7.267	0.094
2	1.423	0.044	17.5	2.618	0.126	33	7.305	0.076
2.5	1.443	0.040	18	2.702	0.168	33.5	7.352	0.094
3	1.477	0.068	18.5	2.802	0.200	34	7.41	0.116
3.5	1.492	0.030	19	2.939	0.274	34.5	7.46	0.100

4	1.509	0.034	19.5	3.083	0.288	35	7.503	0.086
4.5	1.530	0.042	20	3.297	0.428	35.5	7.556	0.106
5	1.558	0.056	20.5	3.575	0.556	36	7.613	0.114
5.5	1.584	0.052	21	4.295	1.440	36.5	7.673	0.120
6	1.622	0.076	<b>21.5</b>	<b>5.273</b>	<b>1.956</b>	37	7.735	0.124
6.5	1.647	0.050	22	5.626	0.706	37.5	7.788	0.106
7	1.675	0.056	22.5	5.869	0.486	38	7.874	0.172
7.5	1.706	0.062	23	6.056	0.374	38.5	7.954	0.160
8	1.738	0.064	23.5	6.176	0.240	39	8.023	0.138
8.5	1.769	0.062	24	6.282	0.212	39.5	8.122	0.198
9	1.802	0.066	24.5	6.377	0.190	40	8.239	0.234
9.5	1.841	0.078	25	6.457	0.160	40.5	8.383	0.288
10	1.877	0.072	25.5	6.532	0.150	41	8.590	0.414
10.5	1.911	0.068	26	6.598	0.132	41.5	8.947	0.714
11	1.948	0.074	26.5	6.662	0.128	42	9.487	1.080
11.5	1.991	0.086	27	6.722	0.12	<b>42.5</b>	<b>10.588</b>	<b>2.202</b>
12	2.031	0.08	27.5	6.776	0.108	43	11.054	0.932
12.5	2.073	0.084	28	6.834	0.116	43.5	11.285	0.462
13	2.108	0.070	28.5	6.886	0.104	44	11.448	0.326
13.5	2.152	0.088	29	6.927	0.082	44.5	11.588	0.280
14	2.198	0.092	29.5	6.978	0.102	45	11.68	0.184
14.5	2.248	0.100	30	7.027	0.098	45.5	11.771	0.182
15	2.305	0.114	30.5	7.076	0.098	46	11.848	0.154

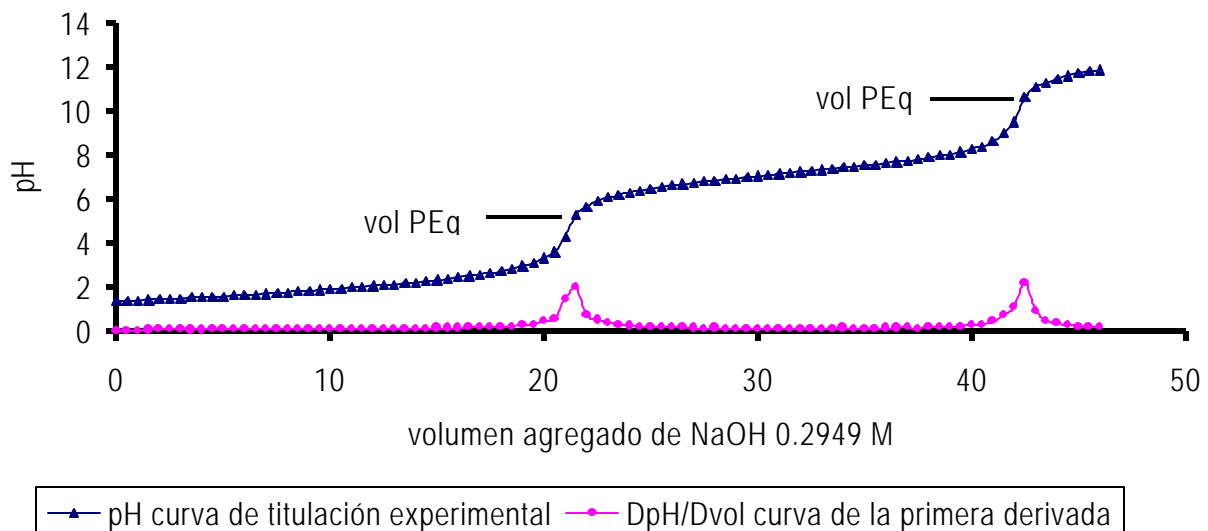


Figura 36. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.9. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 40. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.10).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	Ph	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$
0	1.790	0	<b>4</b>	<b>6.308</b>	<b>5.792</b>	8	11.903	1.152
0.5	1.845	0.110	4.5	6.722	0.828	8.5	12.234	0.662
1	1.930	0.170	5	7.031	0.618	9	12.455	0.442
1.5	2.057	0.254	5.5	7.342	0.622	9.5	12.589	0.268
2	2.169	0.224	6	7.565	0.446	10	12.722	0.266
2.5	2.425	0.512	6.5	7.891	0.652	10.5	12.823	0.202
3	2.769	0.688	7	8.413	1.044	11	12.909	0.172
3.5	3.412	1.286	<b>7.5</b>	<b>11.327</b>	<b>5.828</b>	11.5	12.985	0.152

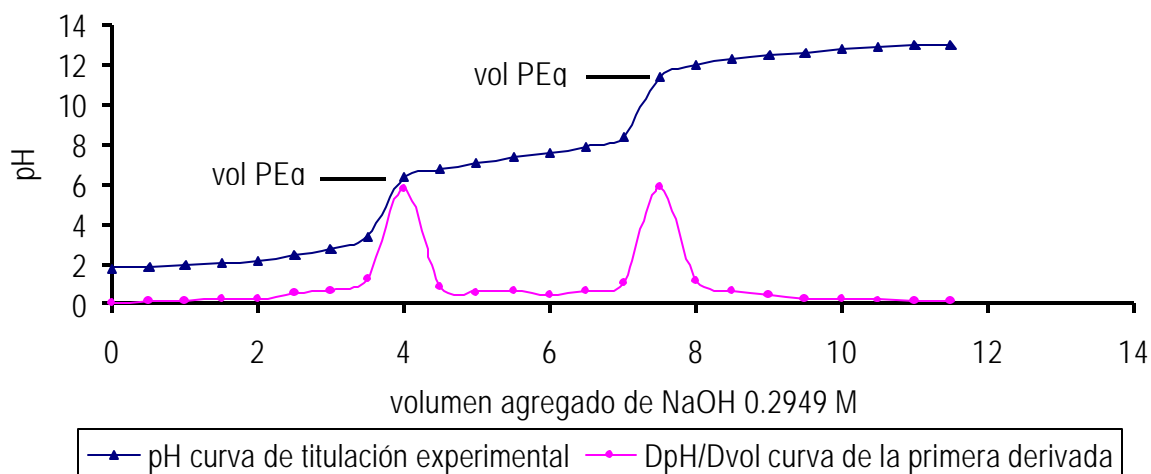


Figura 37. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.10. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 41. Datos para la titulación potenciométrica de 1.010 g H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.11).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$
0	1.654	0	<b>6</b>	<b>5.335</b>	<b>4.298</b>	<b>12</b>	<b>10.708</b>	<b>3.872</b>
0.5	1.680	0.052	6.5	6.204	1.738	12.5	11.659	1.902
1	1.718	0.076	7	6.554	0.700	13	11.952	0.586
1.5	1.803	0.170	7.5	6.830	0.552	13.5	12.149	0.394
2	1.868	0.130	8	7.006	0.352	14	12.323	0.348
2.5	1.968	0.200	8.5	7.169	0.326	14.5	12.436	0.226
3	2.068	0.200	9	7.356	0.374	15	12.542	0.212
3.5	2.176	0.216	9.5	7.511	0.310	15.5	12.624	0.164
4	2.311	0.270	10	7.715	0.408	16	12.705	0.162
4.5	2.489	0.356	10.5	7.882	0.334	16.5	12.774	0.138
5	2.715	0.452	11	8.131	0.498	17	12.852	0.156
5.5	3.186	0.942	11.5	8.772	1.282			



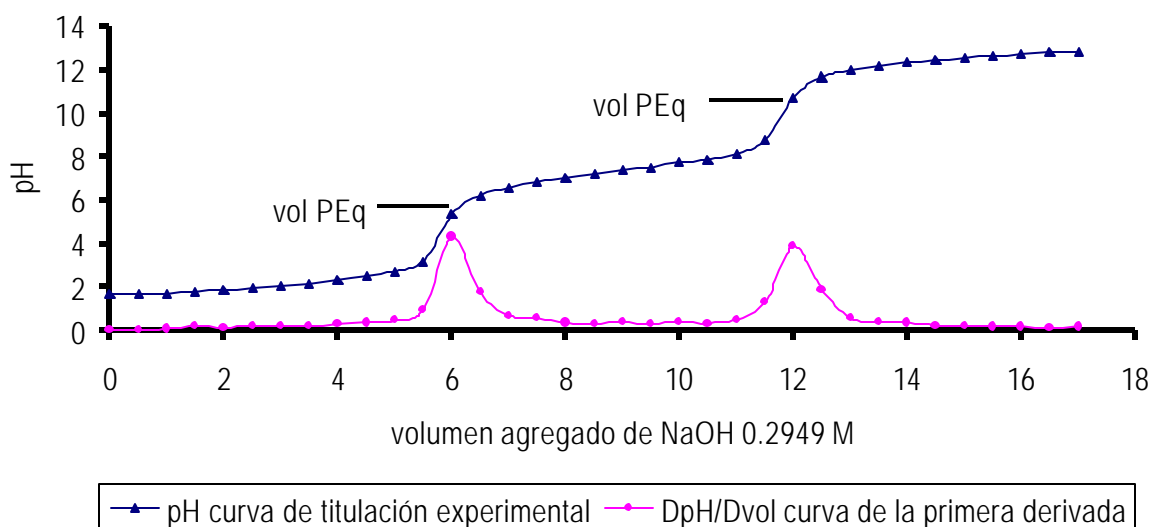


Figura 38. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.11. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 42. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.12).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta\text{vol}$
0	1.570	0	7.5	2.909	0.600	14.5	7.815	0.304
0.5	1.583	0.026	8	3.396	0.974	15	7.989	0.348
1	1.601	0.036	<b>8.5</b>	<b>5.454</b>	<b>4.116</b>	15.5	8.207	0.436
1.5	1.635	0.068	9	6.066	1.224	16	8.561	0.708
2	1.674	0.078	9.5	6.363	0.594	16.5	9.757	2.392
2.5	1.722	0.096	10	6.579	0.432	<b>17</b>	<b>11.311</b>	<b>3.108</b>
3	1.772	0.100	10.5	6.751	0.344	17.5	11.69	0.758
3.5	1.834	0.124	11	6.893	0.284	18	11.903	0.426
4	1.906	0.144	11.5	7.026	0.266	18.5	12.064	0.322
4.5	1.982	0.152	12	7.148	0.244	19	12.186	0.244
5	2.093	0.222	12.5	7.274	0.252	19.5	12.293	0.214
5.5	2.196	0.206	13	7.395	0.242	20	12.387	0.188
6	2.288	0.184	13.5	7.526	0.262	20.5	12.471	0.168
6.5	2.445	0.314	14	7.663	0.274	21	12.550	0.158
7	2.609	0.328						

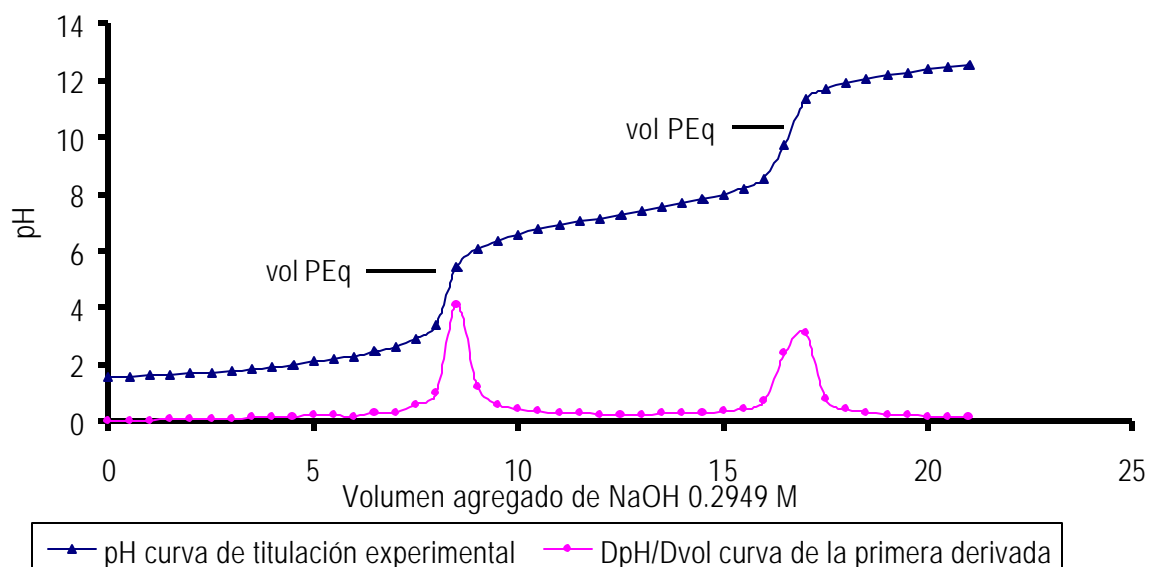


Figura 39. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.12 En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 43. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.13).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.523	0	9.5	2.618	0.280	19	7.568	0.222
0.5	1.542	0.038	10	2.794	0.352	19.5	7.677	0.218
1	1.551	0.018	10.5	3.021	0.454	20	7.78	0.206
1.5	1.567	0.032	11	3.454	0.866	20.5	7.903	0.246
2	1.592	0.050	<b>11.5</b>	<b>4.989</b>	<b>3.070</b>	21	8.073	0.340
2.5	1.619	0.054	12	5.796	1.614	21.5	8.209	0.272
3	1.665	0.092	12.5	6.113	0.634	22	8.544	0.670
3.5	1.701	0.072	13	6.319	0.412	22.5	9.121	1.154
4	1.751	0.100	13.5	6.485	0.332	<b>23</b>	<b>10.622</b>	<b>3.002</b>
4.5	1.796	0.090	14	6.622	0.274	23.5	11.275	1.306
5	1.862	0.132	14.5	6.759	0.274	24	11.556	0.562
5.5	1.906	0.088	15	6.837	0.156	24.5	11.744	0.376
6	1.958	0.104	15.5	6.940	0.206	25	11.881	0.274
6.5	2.034	0.152	16	7.025	0.170	25.5	12.005	0.248
7	2.102	0.136	16.5	7.111	0.172	26	12.076	0.142
7.5	2.188	0.172	17	7.205	0.188	26.5	12.181	0.21
8	2.272	0.168	17.5	7.287	0.164	27	12.255	0.148
8.5	2.366	0.188	18	7.369	0.164	27.5	12.328	0.146
9	2.478	0.224	18.5	7.457	0.176	28	12.389	0.122

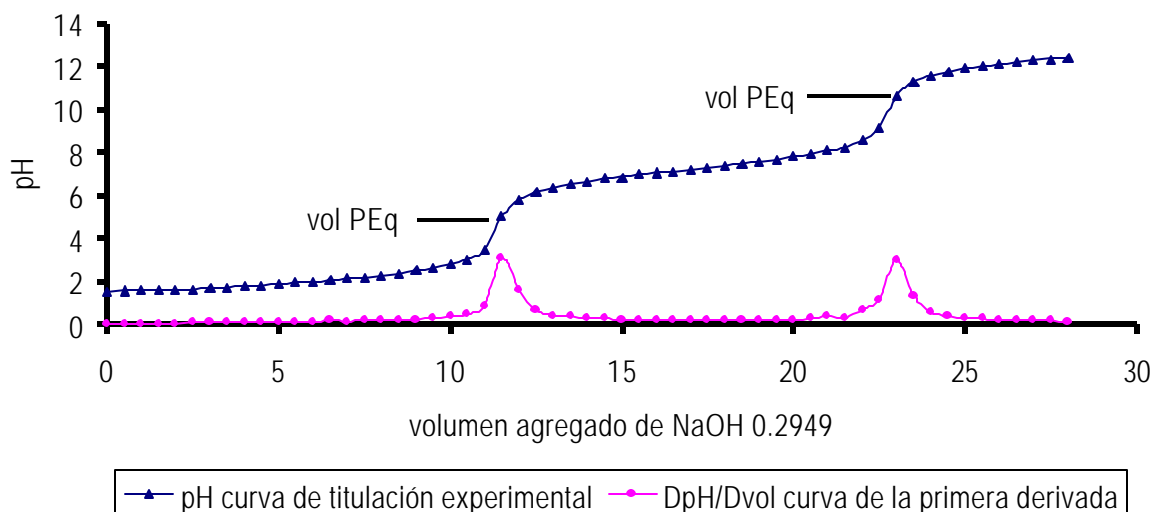


Figura 40. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.13. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 44. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.2949 M (experimento 3.14).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	2.148	0	12	3.218	0.160	23.5	7.415	0.132
0.5	2.155	0.014	12.5	3.340	0.244	24	7.481	0.132
1	2.171	0.032	13	3.500	0.320	24.5	7.556	0.150
1.5	2.192	0.042	13.5	3.691	0.382	25	7.609	0.106
2	2.217	0.05	14	4.025	0.668	25.5	7.700	0.182
2.5	2.246	0.058	<b>14.5</b>	<b>5.006</b>	<b>1.962</b>	26	7.793	0.186
3	2.279	0.066	15	5.826	1.640	26.5	7.880	0.174
3.5	2.309	0.06	15.5	6.112	0.572	27	8.028	0.296
4	2.346	0.074	16	6.282	0.340	27.5	8.160	0.264
4.5	2.378	0.064	16.5	6.409	0.254	28	8.381	0.442
5	2.415	0.074	17	6.529	0.240	28.5	8.754	0.746
5.5	2.461	0.092	17.5	6.627	0.196	<b>29</b>	<b>9.929</b>	<b>2.350</b>
6	2.495	0.068	18	6.728	0.202	29.5	10.523	1.188
6.5	2.549	0.108	18.5	6.779	0.102	30	10.804	0.562
7	2.582	0.066	19	6.873	0.188	30.5	10.977	0.346
7.5	2.627	0.09	19.5	6.916	0.086	31	11.107	0.260
8	2.677	0.1	20	7.000	0.168	31.5	11.222	0.230
8.5	2.730	0.106	20.5	7.061	0.122	32	11.281	0.118
9	2.784	0.108	21	7.107	0.092	32.5	11.354	0.146
9.5	2.841	0.114	21.5	7.173	0.132	33	11.418	0.128
10	2.904	0.126	22	7.229	0.112	33.5	11.485	0.134
10.5	2.969	0.130	22.5	7.293	0.128	34	11.526	0.082
11	3.043	0.148	23	7.349	0.112	34.5	11.579	0.106

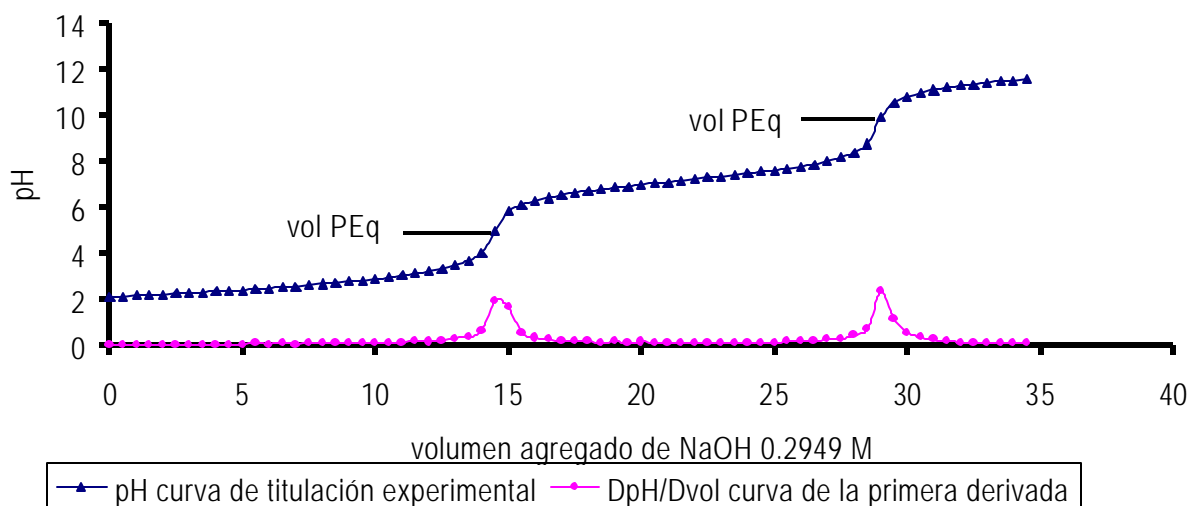


Figura 41. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.14. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 45. Datos para la titulación potenciométrica de 1.010 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0. 2949 M (experimento 3.15).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	Ph	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.400	0	15	2.545	0.166	30	6.778	0.092
0.5	1.408	0.016	15.5	2.636	0.182	30.5	6.846	0.136
1	1.421	0.026	16	2.747	0.222	31	6.903	0.114
1.5	1.436	0.030	16.5	2.889	0.284	31.5	6.968	0.130
2	1.452	0.032	17	3.088	0.398	32	7.048	0.160
2.5	1.471	0.038	17.5	3.424	0.672	32.5	7.107	0.118
3	1.501	0.060	<b>18</b>	<b>4.457</b>	<b>2.066</b>	33	7.189	0.164
3.5	1.525	0.048	18.5	5.054	1.194	33.5	7.322	0.266
4	1.555	0.060	19	5.304	0.500	34	7.429	0.214
4.5	1.587	0.064	19.5	5.475	0.342	34.5	7.619	0.380
5	1.617	0.060	20	5.600	0.250	35	7.910	0.582
5.5	1.648	0.062	20.5	5.707	0.214	35.5	8.466	1.112
6	1.681	0.066	21	5.798	0.182	<b>36</b>	<b>9.297</b>	<b>1.662</b>
6.5	1.715	0.068	21.5	5.87	0.144	36.5	9.821	1.048
7	1.748	0.066	22	5.939	0.138	37	10.049	0.456
7.5	1.784	0.072	22.5	6.005	0.132	37.5	10.218	0.338
8	1.822	0.076	23	6.066	0.122	38	10.366	0.296
8.5	1.859	0.074	23.5	6.120	0.108	38.5	10.466	0.200
9	1.892	0.066	24	6.172	0.104	39	10.537	0.142
9.5	1.933	0.082	24.5	6.234	0.124	39.5	10.608	0.142
10	1.981	0.096	25	6.277	0.086	40	10.676	0.136
10.5	2.019	0.076	25.5	6.328	0.102	40.5	10.732	0.112
11	2.066	0.094	26	6.377	0.098	41	10.782	0.100
11.5	2.113	0.094	26.5	6.423	0.092	41.5	10.837	0.110

12	2.159	0.092	27	6.481	0.116	42	10.885	0.096
12.5	2.216	0.114	27.5	6.528	0.094	42.5	10.922	0.074
13	2.268	0.104	28	6.576	0.096	43	10.969	0.094
13.5	2.323	0.110	28.5	6.621	0.090	43.5	11.003	0.068
14	2.389	0.132	29	6.672	0.102	44	11.046	0.086
14.5	2.462	0.146	29.5	6.732	0.120			

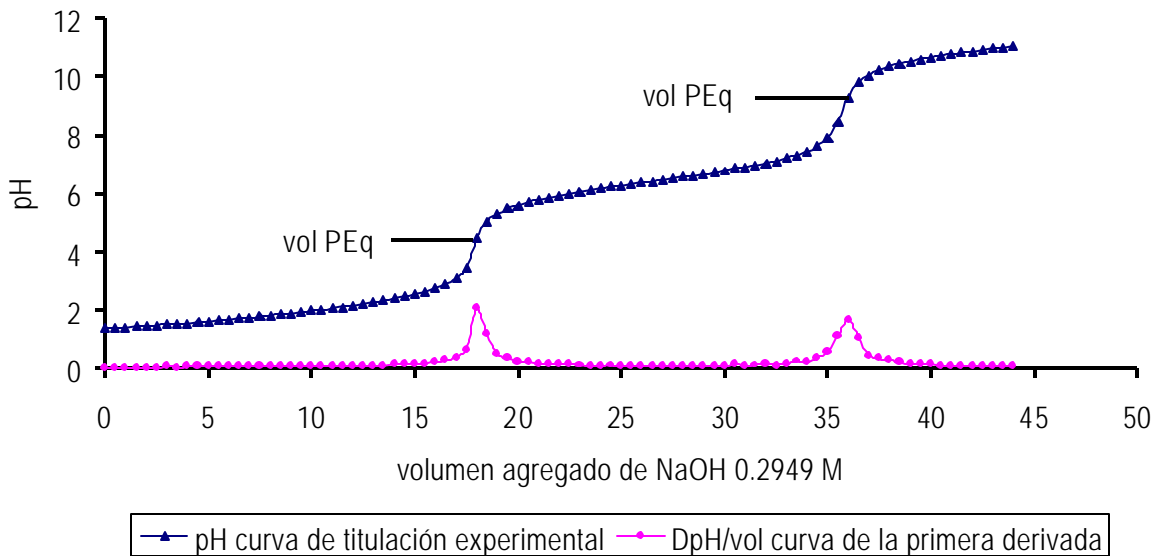


Figura 42. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.15. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 46. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.2949 M (experimento 3.16).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	PH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.188	0	18.5	2.461	0.100	37	6.709	0.092
0.5	1.202	0.028	19	2.548	0.174	37.5	6.755	0.092
1	1.230	0.056	19.5	2.627	0.158	38	6.795	0.080
1.5	1.255	0.050	20	2.711	0.168	38.5	6.845	0.100
2	1.276	0.042	20.5	2.84	0.258	39	6.898	0.106
2.5	1.296	0.040	21	2.962	0.244	39.5	6.945	0.094
3	1.322	0.052	21.5	3.195	0.466	40	7.013	0.136
3.5	1.355	0.066	22	3.585	0.780	40.5	7.077	0.128
4	1.381	0.052	<b>22.5</b>	<b>4.503</b>	<b>1.836</b>	41	7.134	0.114
4.5	1.404	0.046	23	4.903	0.800	41.5	7.214	0.160
5	1.439	0.070	23.5	5.204	0.602	42	7.304	0.180
5.5	1.459	0.040	24	5.344	0.280	42.5	7.39	0.172
6	1.488	0.058	24.5	5.475	0.262	43	7.517	0.254
6.5	1.521	0.066	25	5.557	0.164	43.5	7.689	0.344
7	1.553	0.064	25.5	5.651	0.188	44	7.945	0.512
7.5	1.582	0.058	26	5.728	0.154	44.5	8.326	0.762
8	1.617	0.070	26.5	5.794	0.132	<b>45</b>	<b>9.149</b>	<b>1.646</b>

8.5	1.642	0.050	27	5.844	0.100	45.5	9.572	0.846
9	1.666	0.048	27.5	5.905	0.122	46	9.868	0.592
9.5	1.708	0.084	28	5.961	0.112	46.5	10.052	0.368
10	1.733	0.050	28.5	6.012	0.102	47	10.166	0.228
10.5	1.769	0.072	29	6.053	0.082	47.5	10.281	0.230
11	1.794	0.050	29.5	6.103	0.100	48	10.375	0.188
11.5	1.829	0.070	30	6.150	0.094	48.5	10.453	0.156
12	1.87	0.082	30.5	6.193	0.086	49	10.511	0.116
12.5	1.908	0.076	31	6.228	0.07	49.5	10.573	0.124
13	1.939	0.062	31.5	6.270	0.084	50	10.630	0.114
13.5	1.979	0.080	32	6.313	0.086	50.5	10.677	0.094
14	2.014	0.070	32.5	6.354	0.082	51	10.725	0.096
14.5	2.064	0.100	33	6.388	0.068	51.5	10.769	0.088
15	2.102	0.076	33.5	6.429	0.082	52	10.803	0.068
15.5	2.151	0.098	34	6.470	0.082	52.5	10.843	0.08
16	2.198	0.094	34.5	6.511	0.082	53	10.880	0.074
16.5	2.239	0.082	35	6.545	0.068	53.5	10.909	0.058
17	2.284	0.090	35.5	6.586	0.082	54	10.946	0.074
17.5	2.342	0.116	36	6.628	0.084	54.5	10.980	0.068
18	2.411	0.138	36.5	6.663	0.07	55	11.013	0.066

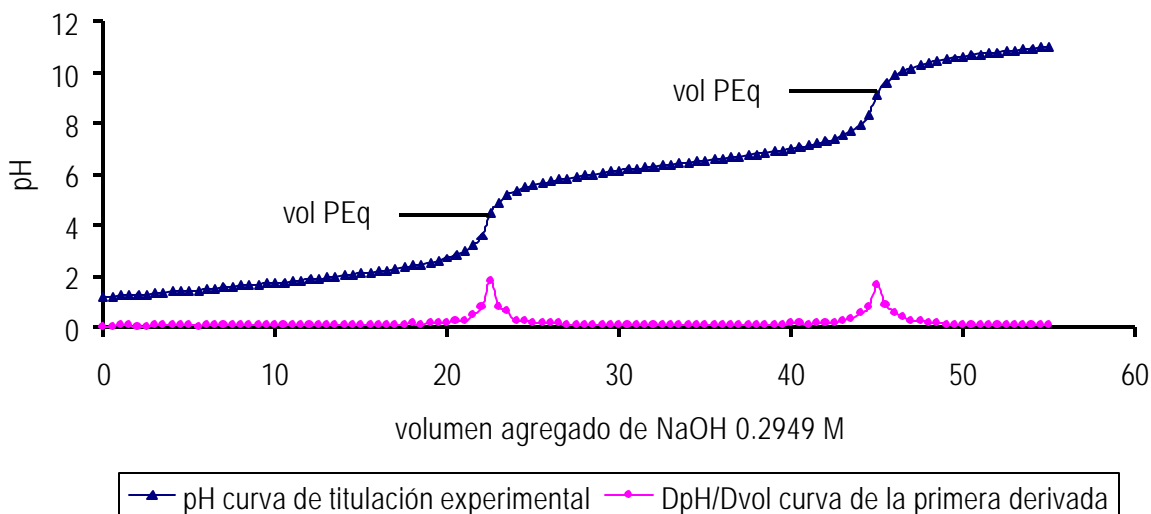


Figura 43. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.16. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

Tabla 47. Datos para la titulación potenciométrica de 1.000 g  $H_3PO_4$  con NaOH 0.2949 M (experimento 3.17).

Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$	Vol(mL) NaOH	pH	$\Delta pH/\Delta vol$
0	1.169	0.000	18.5	2.451	0.134	37	6.680	0.090
0.5	1.188	0.038	19	2.522	0.142	37.5	6.725	0.090
1	1.205	0.034	19.5	2.589	0.134	38	6.763	0.076
1.5	1.229	0.048	20	2.69	0.202	38.5	6.811	0.096

2	1.255	0.052	20.5	2.781	0.182	39	6.861	0.100
2.5	1.279	0.048	21	2.924	0.286	39.5	6.906	0.090
3	1.307	0.056	21.5	3.079	0.310	40	6.963	0.114
3.5	1.332	0.050	22	3.380	0.602	40.5	7.012	0.098
4	1.358	0.052	<b>22.5</b>	<b>4.086</b>	<b>1.412</b>	41	7.076	0.128
4.5	1.388	0.060	23	4.730	1.288	41.5	7.131	0.110
5	1.418	0.060	23.5	5.081	0.702	42	7.208	0.154
5.5	1.449	0.062	24	5.286	0.410	42.5	7.295	0.174
6	1.475	0.052	24.5	5.414	0.256	43	7.398	0.206
6.5	1.508	0.066	25	5.527	0.226	43.5	7.498	0.200
7	1.539	0.062	25.5	5.605	0.156	44	7.659	0.322
7.5	1.572	0.066	26	5.689	0.168	44.5	7.839	0.360
8	1.599	0.054	26.5	5.751	0.124	45	8.228	0.778
8.5	1.631	0.064	27	5.819	0.136	<b>45.5</b>	<b>8.879</b>	<b>1.302</b>
9	1.665	0.068	27.5	5.882	0.126	46	9.507	1.256
9.5	1.699	0.068	28	5.925	0.086	46.5	9.826	0.638
10	1.727	0.056	28.5	5.981	0.112	47	9.997	0.342
10.5	1.762	0.070	29	6.033	0.104	47.5	10.148	0.302
11	1.796	0.068	29.5	6.081	0.096	48	10.247	0.198
11.5	1.832	0.072	30	6.119	0.076	48.5	10.348	0.202
12	1.862	0.06	30.5	6.166	0.094	49	10.431	0.166
12.5	1.900	0.076	31	6.202	0.072	49.5	10.491	0.12
13	1.940	0.08	31.5	6.246	0.088	50	10.565	0.148
13.5	1.979	0.078	32	6.288	0.084	50.5	10.616	0.102
14	2.009	0.06	32.5	6.322	0.068	51	10.679	0.126
14.5	2.052	0.086	33	6.362	0.080	51.5	10.718	0.078
15	2.094	0.084	33.5	6.404	0.084	52	10.764	0.092
15.5	2.132	0.076	34	6.437	0.066	52.5	10.798	0.068
16	2.174	0.084	34.5	6.48	0.086	53	10.839	0.082
16.5	2.224	0.1	35	6.513	0.066	53.5	10.879	0.08
17	2.276	0.104	35.5	6.556	0.086	54	10.915	0.072
17.5	2.323	0.094	36	6.6	0.088	54.5	10.944	0.058
18	2.384	0.122	36.5	6.635	0.070	55	10.978	0.068

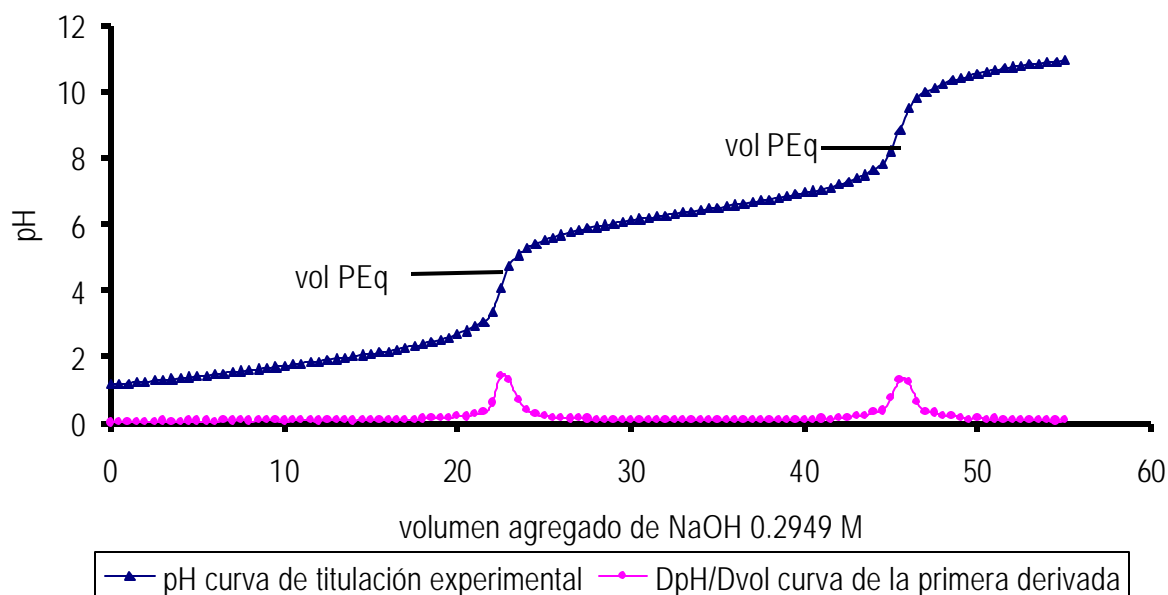


Figura 44. Gráfico de la curva de titulación potenciométrica del experimento 3.17. En esta gráfica se muestra los volúmenes de puntos de equivalencia.

### 5.3.6 CONSTANTES DE EXTRACCIÓN

Para calcular las constantes de extracción son necesarios los datos que se muestran en la tabla 48. Estos datos se sustituyen en la ecuación 1.6, para calcular cada una de las constantes de extracción.

La concentración de la F.O se determino por diferencia de hierro en la F.A y la cantidad de hierro que se tenía antes de la extracción (1000 ppm de hierro)

Las titulaciones que se realizaron fueron con el motivo de saber la fracción molar de  $H_3PO_4$  que se tenía en la F.A, ya que se puede extraer  $H_3PO_4$  hacia la F.O, y esta a su vez se utiliza para calcular las constantes de extracción.

El pH que se muestra en la tabla 48 es en el que se llevo la extracción de hierro.

Las especies que se proponen en la ecuación 1.6 son propuestas debido a que son las especies que predominan en ese pH.

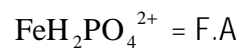
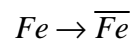
Tabla 48. mg de hierro en la F.A, F.O y pH para la determinación de las constantes de extracción

Experimento	mg de hierro en la F.A	mg de hierro en la F.O	pH
1.1	0.204	3.279	1.626
1.2	0.297	6.397	1.270
1.3	0.339	8.392	1.270
1.4	0.507	9.985	1.257
1.5	1.470	9.471	1.451
1.6	1.228	10.068	2.009



1.9	0.636	7.709	1.183
1.10	0.742	9.383	1.194
2.1	1.030	2.445	1.527
2.2	0.404	6.234	1.275
2.3	0.612	7.942	1.265
2.4	0.633	9.841	1.186
2.5	0.858	10.088	1.067
2.6	0.968	10.341	1.091
2.9	0.000	12.537	1.038
2.10	0.000	13.154	1.110
3.1	0.905	7.418	1.893
3.2	1.283	8.856	1.599
3.3	0.000	11.490	1.562
3.4	0.000	11.501	1.112
3.5	1.019	7.582	1.112
3.6	0.609	6.270	1.261
3.7	0.946	4.213	1.134
3.8	0.732	2.706	1.304
3.9	0.602	1.120	1.376
3.10	0.447	8.165	1.790
3.11	0.605	6.277	1.654
3.12	0.610	4.550	1.570
3.13	0.626	2.812	1.523
3.14	0.666	1.056	2.148
3.15	0.180	2.403	1.400
3.16	0.252	3.065	1.188
3.17	0.317	3.981	1.169

Para la determinación de las constantes de extracción, se tomaron las concentraciones totales y se calcularon por medio de la siguiente ecuación. Esta formula sale a partir del equilibrio generalizado



$$K_{ext} = \frac{[Fe'']}{[Fe']} \quad 1.6$$

Tabla 49. log Kext calculadas a partir de las concentraciones reales de F.O y Fe inorganico

Experimento	Relación		Experimento	Relación	
	Másica ácido (F.A X Fe en F.O/Fe inor) x 100	log Kext		Másica ácido (Fe en F.O/Fe in) x 100	log Kext
1.1	33.790	1.206	3.2	6.355	1.013
1.2	67.277	1.333	3.3	2.952	0.649
1.3	110.387	1.394	3.4	2.044	0.568
1.4	44.445	1.294	3.5	0.716	0.270
1.5	10.441	0.809	3.6	101.965	1.262
1.6	16.988	0.914	3.7	21.713	1.016
1.9	108.442	1.084	3.8	7.162	0.873
1.10	13.234	1.102	3.9	1.904	0.652
2.1	5.164	0.376	3.10	15.986	0.200
2.2	46.373	1.188	3.11	75.422	1.125
2.3	54.388	1.113	3.12	46.972	1.085
2.4	39.450	1.191	3.13	37.850	1.100
2.5	16.159	1.070	3.14	26.250	1.063
2.6	20.589	1.029	3.15	16.996	1.009
2.9	3.686	0.914	3.16	14.899	1.031
2.10	7.624	0.839	3.17	12.631	0.988
3.1	68.506	0.871			

En la figura 45 se muestran los valores del log de la Kextracción en función de la relación másica de ácido fosfórico entre la masa de la mezcla éter-TBP (5%). No se ve lineal debido a que no siempre se tenía las mismas composiciones de las mezclas de extracción.

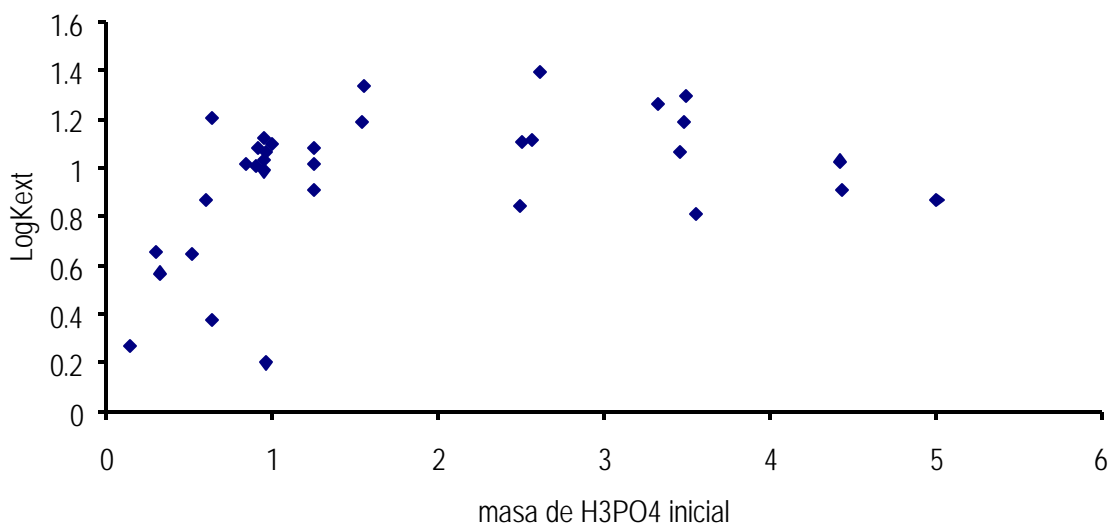


Figura 45. Gráfico del logaritmo de la constante de extracción de Hierro (III) en función de la composición inicial de la relación másica.

En la figura 46 se muestra la grafica representativa de la fracción de extracción de Fe (III) en ella se ve que la fracción de extracción es de 0.9103, dando así que la fracción de extracción es de un 91%. Este gráfico está en función a Hierro (III) inicial vs. Hierro orgánico.

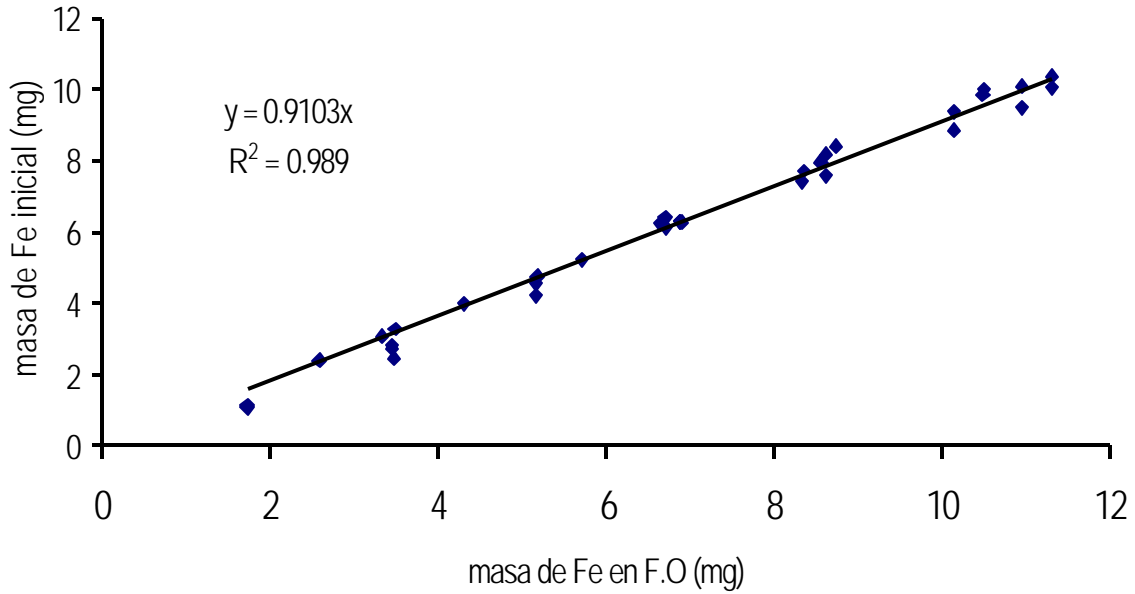


Figura 46. Grafico representativo de la fracción de extracción en función a Hierro (III) inicial vs. Hierro orgánico.

## 6 Conclusiones

Se determinaron las constantes de extracción para los experimentos de dos fases, en estos se hizo el estudio en la fase acuosa, ya que se facilita la cuantificación de todos los componentes de la mezcla y al saber la masa en la fase acuosa se determinó la masa en la fase orgánica. De estos datos obtenidos se calculó la constante de extracción. La constante de extracción son independientes de las cantidades vertidas a la mezcla.

La determinación de las constantes de extracción de Hierro (III) se realizó para los experimentos en donde se obtuvieron dos fases. La constante de extracción es independiente de las cantidades vertidas a la mezcla.

Para la determinación de las constantes de extracción fue necesario la determinación de la concentración de  $\text{Fe(III)}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\overline{\text{Fe(III)}}$  y  $\overline{\text{H}_3\text{PO}_4}$ .  
Para el  $\text{Fe(III)}$  se utilizó absorción atómica y para  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , valoraciones potenciométricas.

## 7 Bibliografía

- Lozano, Francisco y F. J. Garfias. Rev. Soc.Quim.Mex. vol. 22, No.2, Noviembre – Diciembre, pp. 436-437
- Mongi F, Hassine F. 1998. Separation Science and Technology, pp 2609-2622,
- Karamatollah R, Hashem N. 2003. Hydrometallurgy, pp 11-21.
- Nedjate, H, Sabor, J. 1977. Soc. Chim. Fr., 11-12, 1089-1092.
- Sabot, J. Inorg. 1978, Nucl. Chem. 40, 1129-1134.
- Khadija Z, colaboradores. 2002 Fluid Phase Equilibria, 201, pp 259-267.
- Rojas A, González, J. 1986. Anal. Chim. Acta. 187 279.
- Rojas A, Ramírez J, González, J. 1991 Electrochem. Soc., 138, 365.
- Rojas A, Ramírez J, González J. 1991 Anal. Chim. Acta. 246 435.
- Rojas A, Ramírez j, González J. 1992 Anal. Chim. Acta, 259, pp 95-104.
- Valcárcel M. 1984 teoría y practica de la extracción líquido – líquido 1ªEdición Ed. Alambra. pp 1-6, 164-171, 327.
- Cela R. técnicas de separación en Química analítica universidad de Santiago de Compostela Editorial síntesis pp 206-209.
- Harris D. análisis de Químico Cuantitativo Ed Reverté S.A 2ª edición pp 599.
- Fernando Orozco D.análisis de Químico Cuantitativo Ed Porrúa, S.A Décima edición, pp 211,233.
- Douglas A. Skoog principios de Análisis Instrumental Ed. Mc Graw Hill 5ª edición, pp 584.
- Goldstein D.1971. F Mc Corp. U.S.P. 3, 819, 810 (Cl. 423-321) (01b), 25 June 1974, App. 1, 108, 920.
- Ismail AK, Abdel-Aal EA, Ibrahim IA. 12-15 Oct. 1964. Hydrochemical processing of Phosphate concentrates. Proceedings of the 1st International Conference on Hydrometallurgy, China, p 404-408.