



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN

PRUEBA DE UN SISTEMA DE ALMACENAMIENTO DE
INFORMACIÓN (DISCOS 3 1/2") COMO ELECTRODO
ALTERNATIVO PARA LA MEDICIÓN DE pH.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERA QUIMICA
P R E S E N T A:
SILVIA NAYRET DE ANDA CRUZ

ASESORES: M. EN C. JOSE DE JESUS PEREZ SAAVEDRA
Q. SONIA RINCON ARCE



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

FACULTAD DE ESTUDIOS
 SUPERIORES CUAUTITLAN



DRA. SUEMI RODRIGUEZ ROMO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 PRESENTE

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

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

Prueba de un sistema de almacenamiento de información (disco 3 1/2)
como electrodo alternativo para la medición de pH.

que presenta la pasante: Silvia Nayret De Anda Cruz
 con número de cuenta: 9401397-5 para obtener el título de :
ingeniera Química

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

ATENTAMENTE
 "POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 13 de Mayo de 2008.

PRESIDENTE	M.C. José de Jesús Pérez Saavedra	
VOCAL	Q. Ma. Eugenia Carbajal Arenas	
SECRETARIO	M.C. Bernardo Francisco Torres	
PRIMER SUPLENTE	Q. Pablo Hernández Matamoras	
SEGUNDO SUPLENTE	M.C. Enrique Ramos López	

*A MIS ABUELOS PEDRO, PAULA, FELIPE Y BERTHA
POR DEMOSTRARME QUE LO QUE SE QUIERE SE PUEDE.*

*A MIS PADRES FELIX Y GRACIELA
GRACIAS POR HABERME DADO LA VIDA, HACER DE MI LA MUJER QUE SOY
Y POR TODO SU APOYO A LO LARGO DE MI VIDA.*

*A MIS HERMANOS RODRIGO, GRACIELA Y PEDRO
POR COMPARTIR CONMIGO MIS SUEÑOS.*

*A MI ESPOSO RAFAEL
GRACIAS POR ESTAR CONMIGO SIEMPRE EN LAS BUENAS Y EN LAS MALAS,
POR ENSEÑARME A QUE SIEMPRE QUE CAIGO PUEDO VOLVERA LEVANTARME
Y POR TODO SU APOYO PARA CUMPLIR ESTE SUEÑO.*

*A MI HIJA PAULA
POR RECORDARME SIEMPRE LO QUE YO UN DIA LE DIJE
“TODO LO QUE SE EMPIEZA SE DEBE DE TERMINAR”,
GRACIAS POR TU APOYO PARA CUMPLIR MI SUEÑO.*

*A MI HIJO AARON
GRACIAS POR ENSEÑARME QUE PESE A LAS COSAS
MALAS TODO PUEDE SER POSIBLE.*

*A MI TIA IRMA
GRACIAS POR TODO TU APOYO Y TU CARIÑO
Y POR ESTAR CONMIGO SIEMPRE.*

*A MIS MAESTROS SONIA Y JESUS
POR TODO SU APOYO Y POR CONFIAR EN MI
PARA REALIZAR ESTE TRABAJO.*

INDICE

	Pag.
OBJETIVO.....	5
ANTECEDENTES.....	6
- Películas de Óxido.....	6
- Películas de oxido y cascarillas.....	7
- Condiciones que favorecen las películas de pasivación.....	8
- Aplicación de las Películas de Óxido.....	9
GENERALIDADES.....	13
- Potenciometría.....	15
- Métodos potenciométricos.....	15
- Potenciometrías directas.....	19
- Valoraciones potenciométricas.....	21
EXPERIMENTACIÓN.....	23
- Materiales y Métodos.....	23
- Preparación de los Discos de 3 1/2".....	23
- Etapa 1.....	24
- Método experimental.....	24
- Resultados.....	25
- Etapa 2.....	26
- Método experimental.....	28
RESULTADOS.....	29
DISCUSIÓN.....	30
CONCLUSIONES.....	31
BIBLIOGRAFÍA.....	32
ANEXO 1.....	34
ANEXO 2.....	46

Objetivo

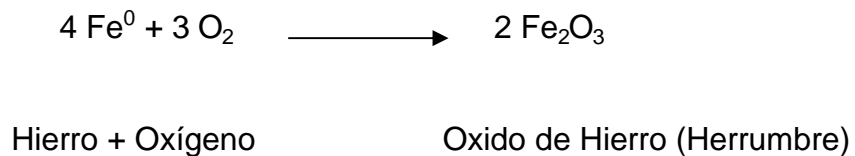
Comprobar que la película de óxido de hierro en contacto con el hierro que conforman un disco de 3 1/2" para almacenamiento de datos forma un par electroquímico de cinética rápida que permite, mediante el sistema disco de 3 1/2 - electrodo de referencia, (DER) realizar valoraciones ácido-base.

Antecedentes

Películas de Óxido.

Oxidación se puede definir como el resultado de la reacción de los metales con el oxígeno a temperaturas elevadas en ausencia de humedad.

Muchos metales formarán una película de óxido en sus superficies cuando están en contacto con aire y/o agua, lo cual lleva a la formación de una película pasiva de óxido sobre la superficie metálica. Por ejemplo, la herrumbre es una película de óxido de hierro sobre el hierro o materiales que contienen hierro; por ejemplo el acero.



La formación de las películas de óxido por oxidación atmosférica puede ser considerada lenta y puede acelerarse utilizando agentes tales como el CrO_3 en solución acuosa.

La formación de una película de óxido sobre un acero "inoxidable", el cual contiene un porcentaje de cromo, en una solución de CrO_3 (trióxido de cromo) en H_2SO_4 acuoso, se puede asemejar al proceso de un electropulido. En una reacción electroquímica se da un flujo electrónico entre el oxidante y reductor. La diferencia con el electropulido es que en este el flujo electrónico es creado de manera externa y es constante a través del proceso al contrario de la reacción electroquímica, en la cual el flujo electrónico es creado internamente entre las especies involucradas (en nuestro caso Fe^0 , Fe^{+2} , Fe^{+3}) y la magnitud de este flujo varía a lo largo de la reacción.

La naturaleza del óxido formado es un factor importante debido a:

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

El punto 3 es el más común y, para este caso, el de más interés por lo que se amplía a continuación los diferentes comportamientos que presenta este óxido(s):

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

La oxidación del hierro es un ejemplo de la formación simultánea de dos o más capas de óxido. Cuando se tienen temperaturas elevadas, la cascarilla se compone principalmente de una capa interna de FeO, una capa intermedia de Fe₃O₄ y una capa superficial de Fe₂O₃, la cual está en contacto directo con el oxígeno. Esta cascarilla es muy adherente y difícil de eliminar por medio del decapado en ácido.

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

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

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

1. El elemento de la aleación debe ser más afín al oxígeno que el metal base.
2. El oxígeno debe difundirse con mayor rapidez que el elemento de aleación en el metal base.
3. La producción de la oxidación interna en la zona superficial no debe destruirse por una formación rápida de la cascarilla sobre el metal base.

Condiciones que favorecen las películas de pasivación.

Cuando las condiciones de pH y potencial son las apropiadas, se desarrollan películas superficiales de oxido o de hidróxido que frenan la corrosión e incluso pueden detenerla por completo. Tales películas pueden ser discontinuas, heterogéneas, y sobre todo muy delgadas (2-10nm).

La película “pasiva” que se forma espontáneamente sobre el hierro consiste de un oxido complejo que se aproxima a Fe_3O_4 y Fe_2O_3 , en sus superficies interior y exterior, respectivamente, y el conjunto es estabilizado debido a una capa absorbida de moléculas de oxígeno.

La primera etapa en la formación de tal película compleja es la adsorción de oxígeno, si bien esta seguida rápidamente por reacciones de oxidación hasta que se frena el crecimiento debido a la resistencia eléctrica que ofrece la película.

La película engrosa un poco más a lo largo de un periodo grande (varios días), pero el periodo más importante es durante los primeros minutos, que es cuando el espesor alcanza unas cuantas capas atómicas.

Las películas “pasivas” son lo suficientemente delgadas que permiten el paso de electrones por el efecto túnel y mantienen las reacciones catódicas, tales como la reducción del oxígeno o la reducción de protones. Estas películas no presentan las propiedades semiconductoras volumínicas de los óxidos simples, sino que tienden a tener un comportamiento metálico. Si la película tiene un comportamiento metálico, puede utilizarse como un electrodo de características semejantes a un electrodo indicador redox.

Aplicación de las Películas de Óxido.

Gran número de aplicaciones de las películas de óxido que se pueden encontrar en la actualidad y, la tecnología de punta, al parecer día a día desarrolla nuevas técnicas de obtención de ellos así como nuevos usos.

En joyería. Los colores que hacen atractiva la joyería de titanio son, de hecho, producto de los diversos espesores de las películas de óxido de titanio.

Como soportes para el desarrollo de tecnología innovadora. Investigadores americanos han conseguido desarrollar una forma de depositar átomos metálicos sobre capas delgadas de óxidos, ayudando a que la próxima generación de ordenadores se ponga en marcha instantáneamente. La técnica también permitirá fabricar catalizadores menos caros para reacciones químicas, construir mejores dispositivos nanotecnológicos, etc.

La técnica se aplicará en la fabricación de la MRAM (Magnetoresistive Random Access Memory), un nuevo tipo de memoria que hará que los ordenadores almacenen información de forma no-volátil (no se perderá cuando sean apagados).

La MRAM, por tanto, permitirá que los computadores puedan ser encendidos instantáneamente, evitando el largo proceso de carga de información.

Como catalizadores heterogéneos. Este tipo de catalizador tiene una superficie donde las sustancias pueden reaccionar. El platino y otros metales finamente divididos, al igual que los óxidos metálicos, son ejemplos comunes de este tipo de catalizador.

Entre los catalizadores a base de óxidos metálicos se distinguen los óxidos estequiométricos y los óxidos que ganan o pierden oxígeno de su superficie.

Microelectrónica. Algunos óxidos metálicos poseen propiedades físicas, químicas y eléctricas que son propicias para aplicaciones en microelectrónica y en algunos revestimientos duros.

Las películas delgadas de óxidos cerámicos complejos tienen perspectivas como elementos activos en sensores, soportes para catalizadores, recubrimientos duros, componentes eléctricamente activos (ferroeléctricos, ondas acústicas de superficie, piezoeléctricos) y materiales magnéticos como ferritas de bario y estroncio.

Materiales Domésticos. El aluminio es un metal muy reactivo y como muchos metales cuando está en contacto con el aire, reacciona rápidamente con el oxígeno y es cubierto por una película de óxido de aluminio (Al_2O_3). Esta capa protectora de óxido hace al aluminio muy inerte (no reactivo) y, por lo tanto, seguro para usarse como papel aluminio para hornear o cocinar un alimento.

Como sensores o Electroodos. Una de las aplicaciones importantes de las películas de óxidos es que sirven como electrodos o sensores que muestran una respuesta potenciométrica y, por lo tanto, pueden emplearse como sensores de pH y electroquímicos.

Películas de oxido como sensores de pH (Electrodos Metal-Oxido Metal).

El electrodo de vidrio es con mucho el sensor más comúnmente utilizado para indicar el grado de acidez o alcalinidad en electrolitos acuosos. Debido a desventajas del electrodo de vidrio como alto costo, inestabilidad a la temperatura, forma geométrica limitada, fragilidad mecánica, etc., numerosos estudios han sugerido el desarrollo de nuevos sensores de pH basados en diferentes materiales durante las dos pasadas décadas. Estos estudios están principalmente relacionados a dos clases de materiales: los óxidos metálicos son semiconductores muy interesantes. Estos también han sido utilizados como componentes de membranas sólidas para la construcción de sensores de pH. La mayoría de estos trabajos están relacionados al uso de polvos de óxidos metálicos para la preparación de una mezcla de membrana.

Por estas razones en años recientes ha habido un incremento en el interés de utilizar estas películas de oxido o electrodos metal - óxido de metal como sensores de pH para control industrial de procesos. Tienen la ventaja de soportar entornos más adversos.

Para que los electrodos metal - oxido de metal sean útiles como sensores de pH deben satisfacer varios e importantes criterios. Por ejemplo, el metal debe tener un comportamiento lo suficientemente noble para resistir el ataque de todas las soluciones sobre un rango útil de pH y, su óxido debe ser conductor eléctrico y capaz de alcanzar el equilibrio con la solución sin que el oxido se disuelva apreciablemente. Como estos requerimientos básicos son un poco difíciles de cumplir, la mayoría de los electrodos metal – óxido de metal usados para la detección de pH representan una combinación de la nobleza del metal y la estabilidad del oxido.

Las películas de óxidos formadas de manera controlada sobre acero inoxidable del tipo 316, son películas estables y conductoras de corriente, el Hierro del acero

inoxidable forma un par electroquímico, bien sea con el FeO o con el Fe₂O₃ en las cuales se muestra que el potencial depende de manera lineal con el pH. Experimentalmente se ha demostrado ^(1,2,3 y 4) que esta respuesta es rápida, lo cual nos permite utilizar las películas de óxidos sobre acero inoxidable como sistemas indicadores de pH y por lo tanto realizar valoraciones ácido–base.

De la bibliografía sabemos que los cintas magnéticas de almacenamiento de información, están formadas por un acetato adicionado con Fe₂O₃, los diskets de 3 ½ están elaborados de esta manera, teniendo además como centro, hierro, formando de esta manera, el par electroquímico (Fe₂O₃ /Fe⁰) antes mencionado y por lo tanto responden al pH siguiendo la ley de Nernst, concluyéndose que un disket de 3 ½ acoplado a un electrodo referencia convencional puede ser utilizado para el seguimiento de valoraciones ácido-base.

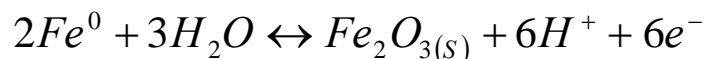
Generalidades

El electrodo más utilizado en la medida de pH es el electrodo convencional de vidrio, debido a que tiene una buena respuesta al pH, por ser de vidrio tienen la desventaja de no ser muy grueso ya que incrementaría la resistencia eléctrica, por lo que tiene poca resistencia a golpes ligeros⁶, es de costo elevado, tiene un solo diseño, no puede medir a pH muy alto o muy bajo, ni a temperaturas muy elevadas, solo mide en soluciones que no afecten el vidrio y no pueden realizarse valoraciones microanalíticas (por su tamaño).

Diversos trabajos de investigación realizados han demostrado que los electrodos de acero inoxidable cubiertos con una película de sus óxidos obtenidos, ya sea por tratamiento químico o por tratamiento térmico, presentan una respuesta al pH en un intervalo amplio, por lo que pueden utilizarse como electrodos indicadores de pH.
1,2,4,10,12,

Desde 1991 en el Área de Investigación de Química Analítica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, de la Universidad Nacional Autónoma de México investigadores han elaborado Películas de Óxidos Sobre Acero Inoxidable 304 y 316 (POSAI-304 y POSAI-316), para ser utilizadas como electrodos indicadores alternativos de pH, éstos últimos mostraron un comportamiento de tipo Nernstiano, ya que no fue interferida la respuesta por otros iones presentes en la solución en estudio, por tanto se dedujo que funciona como electrodo selectivo de iones hidrógeno en un intervalo de pH de 2 a 13 en medio acuoso y en sistemas ácido-base en los que se utiliza el electrodo de vidrio en medios acuosos y no acuosos.^{1,2,3,4,5, 9, 10, 11, 12}

La reacción electroquímica que puede justificar la respuesta al pH de los electrodos POSAI es la siguiente:



De acuerdo a esta reacción el potencial está dado por la siguiente ecuación:

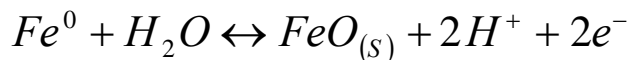
$$E = E^o + \frac{0.0592}{6} \log \frac{[Fe_2O_3][H^+]^6}{[Fe^0]^2[H_2O]^3}$$

Considerando que la actividad del Fe^0 y de Fe_2O_3 es 1 y aplicando las leyes de los logaritmos, se obtiene la siguiente ecuación¹¹:

$$E = E^o - 0.0592 pH \quad \text{Ecuación de Nernst}$$

En base a ésta ecuación podemos ver que el electrodo POSAI presenta una relación lineal de potencial como una función del pH (tipo Nernstiana)

Siguiendo en esta línea y sabiendo que los discos de 3 ½" para almacenamiento de datos son un acetato recubierto de óxido de hierro (II) y que el centro de estos discos es hierro (0), se puede plantear que un disco sumergido en agua presenta la siguiente reacción electroquímica:



De acuerdo a esta reacción el potencial es el siguiente:

$$E = E^o + \frac{0.0592}{2} \log \frac{[FeO][H^+]^2}{[Fe^0]}$$

Considerando que la actividad del Fe^0 y de FeO es 1 y aplicando las leyes de los logaritmos, se obtiene la siguiente ecuación¹¹:

$$E = E^{\circ} - 0.0592pH$$

Ecuación de Nernst

Ecuación de una línea recta cuyo potencial depende del pH, de esta manera, es justificable que el disco de 3 ½" responda al pH y pueda utilizarse como electrodo alternativo al electrodo de vidrio, en valoraciones ácido base.

En la presente investigación, se verifica experimentalmente, que el sistema DER, cumpla con la ecuación anterior en un intervalo de pH de 2 a 13, verificado esto se procede a valorar Ácido Fosfórico 0.0155M con KOH 0.05 M obteniéndose resultados equivalentes a los obtenidos con el electrodo convencional de vidrio combinado.

Potenciometría

Métodos potenciométricos

En los métodos potenciométricos o potenciometrías el objetivo es obtener información acerca de la composición de una disolución mediante el potencial que aparece entre dos electrodos. La medición del potencial se determina bajo condiciones reversibles, en forma termodinámica, y esto implica que se debe dejar pasar el tiempo suficiente para llegar al equilibrio, extrayendo la mínima cantidad de intensidad, para no influir sobre el equilibrio que se establece entre la membrana y la disolución muestra. Para obtener mediciones analíticas válidas en potenciometría, requerimos un equipo sencillo:

- ✓ Un electrodo indicador.
- ✓ Un electrodo de referencia.
- ✓ Un potenciómetro.

Uno de los electrodos deberá ser de potencial constante y que no sufra cambios entre uno y otro experimento. El electrodo que cumple esta condición se conoce como electrodo de referencia. Debido a la estabilidad del electrodo de referencia, cualquier cambio en el potencial del sistema se deberá a la contribución del otro electrodo, llamado electrodo indicador o de trabajo.

El potencial registrado es en realidad la suma de todos los potenciales individuales, con su signo correspondiente, producidos por el electrodo indicador y de referencia.

Electrodo indicador; es sensible a la especie electroactiva, los más utilizados son el de platino, el de vidrio y los selectivos de iones. El electrodo de vidrio responde a la actividad del ion hidronio; consiste en un bulbo de vidrio especial, sensible a la concentración de iones hidronio, en cuyo interior se encuentra una disolución de ácido clorhídrico, normalmente de concentración 0.1M, en la que está sumergido un hilo de plata, recubierto de cloruro de plata que se alarga hasta la parte exterior para formar parte del contacto eléctrico. Frecuentemente el electrodo de vidrio incorpora el electrodo de referencia en el mismo dispositivo y entonces se convierte en un electrodo combinado.^{6, 7, 8}

Electrodos de referencia; Son aquellos que miden el mismo potencial cualquiera que sea la naturaleza de la disolución en que se introduzcan y por tanto dan una referencia a la medida del electrodo indicador. Están constituidos por un conductor metálico en contacto con una sal poco soluble de su metal, y una disolución de composición constante y alta concentración llamado electrolito de referencia, los más utilizados son el de plata-cloruro de plata y el de calomelanos, el electrodo de plata-cloruro de plata, consiste en un hilo de plata sobre el que se deposita cloruro de plata y que está sumergido en una disolución acuosa de cloruro de potasio saturada con cloruro de plata, de tal forma que el electrodo tiene un electrodo de referencia interna ($Ag^{\circ} / AgCl$) sumergido en un tampón con sales de Cl^{-} (pH = 7), con una membrana de vidrio.

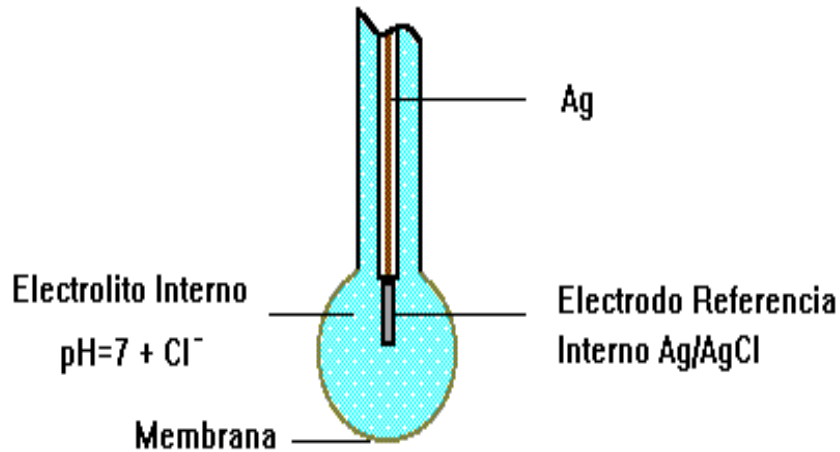
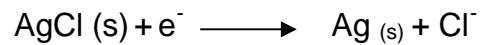


Figura 1. Electrodo de Plata-Cloruro de Plata

La semirreacción de reducción del par AgCl/Ag es. (5,9)



La expresión del potencial correspondiente es:

$$E = E^\circ - 0.059 \log [\text{Cl}^-]$$

El potencial depende de la concentración de iones cloruro pero esta permanece constante.

El electrodo de calomel consiste en una pasta de mercurio metálico y cloruro de mercurio, contenida en un tubo interno que está en contacto con disolución saturada de cloruro de potasio de un tubo externo mediante una pequeña abertura y un hilo de platino sumergido en la pasta de mercurio/cloruro de mercurio.

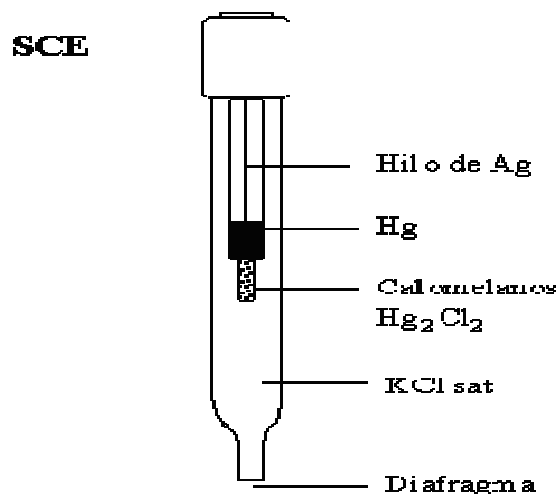
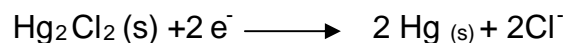


Figura 2. Electrodo de Calomel.

La semireacción del par Hg₂Cl₂/Hg es:



Y el potencial puede expresarse mediante la ecuación:

$$E = E^0 - \frac{0.055 \log [\text{Cl}^-]^2}{2}$$

Potenciómetro: es un instrumento que se utiliza para medir el voltaje de la celda galvánica que forman los electrodos indicador y de referencia. En realidad es un voltímetro muy sensible que amplifica la débil señal eléctrica que producen los electrodos y permiten lecturas de hasta 0.1 mV con gran exactitud. Cuando el potenciómetro proporciona la medida en escala de pH se denomina pH-metro.

La potenciometría como técnica cuantitativa puede ser usada en dos formas:

Potenciometrías directas

La determinación de la actividad de una especie de forma directa se lleva a cabo a través de la medida de un potencial eléctrico, es decir una vez calibrado el sistema se procede a la determinación del potencial de las muestras, para ello basta con introducir el sistema electródico, ya sea para medir potencial o pH, en la disolución correspondiente y registrar la lectura del potenciómetro.

De la ecuación de Nernst se deduce que efectuando mediciones de potencial respecto a un electrodo de referencia puede conocerse la actividad y, por tanto, la concentración del ion en cuestión. La aplicación más conocida de las potenciometrías directas es la utilización de lo que se conoce como con el nombre de Electrodo Selectivo de Iones (ISE).

Para obtener mediciones analíticas validas en potenciometría, uno de los electrodos deberá ser de potencial constante y que no sufra cambios entre uno y otro experimento. El electrodo que cumple esta condición se conoce como electrodo de referencia. Debido a la estabilidad del electrodo de referencia, cualquier cambio en el potencial del sistema se deberá a la contribución del otro electrodo llamado electrodo indicador o de trabajo.

El potencial registrado es en realidad la suma de todos los potenciales individuales (Fig. 3), con su signo correspondiente, producidos por los electrodos indicador (E_3) y de referencia (E_4). La modificación del transporte de materia debido a la presencia de la membrana puede dar lugar a diferencias de potencial electrostático, estos potenciales de membrana (E_2 y E_5) son función de la composición de las disoluciones y pueden por tanto relacionarse con las actividades de iones de las mismas (E_1).

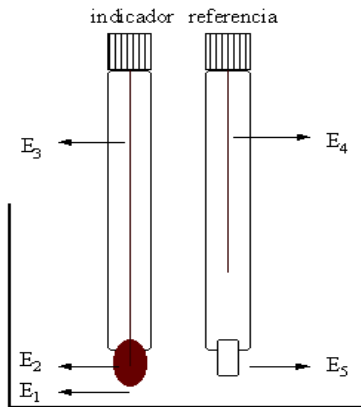


Figura 3. Potenciales en un sistema de medición de electrodos de ión específico.

La situación utilizando como ejemplo el electrodo de pH es la siguiente, al introducir el electrodo en una disolución a analizar, hay un intercambio de iones H^+ y Na^+ . Dentro y fuera de la membrana tenemos diferentes concentraciones de H^+ y por tanto distinto intercambio, y esto origina la diferencia de potencial referida al electrodo de referencia interno, que a su vez se refiere al electrodo de referencia externo.

Se mide el potencial a $i = 0$ con un pH-metro (Cuando se mide potencial, Potenciometro)

$$E = (E_{ind} - E_{ref}) + E_{unión}$$

Como se cumple la ecuación de Nernst, para el sistema:



El potencial de la célula se ajusta a la ecuación:

$$E = E_{ref(int)} - E_{ref(ext)} + E_{asimetría} - S \log (H^+ \text{ int} / H^+ \text{ ext})$$

$$pH = - \log (H^+)$$

Valoraciones potenciométricas

Se registra el potencial en el transcurso de una valoración y se aprovecha el cambio brusco de esta medida que se produce alrededor del punto de equivalencia para detectar el punto final de la valoración. Para lo cual se toma un volumen exactamente conocido de la disolución a valorar y se coloca en un vaso de precipitado de volumen adecuado, se sumergen los electrodos en la disolución a valorar hasta que las zonas sensibles queden cubiertas. Se añade un volumen de valorante, a la solución que está en constante agitación, posteriormente se mide el potencial (en mV), o el pH según sea el caso, el proceso se repite hasta obtener la curva de valoración completa, es decir hasta un exceso de valorante. En las proximidades del punto de equivalencia es conveniente adicionar volúmenes de valorante muy pequeños, a fin de disponer de suficientes datos y conseguir que el error sea mínimo.

Concluida la valoración, se dibuja la curva correspondiente mediante las representaciones de los volúmenes del valorante (en abscisas) y de los potenciales o pH en (ordenadas) y se procede a determinar el punto final de la misma, para ello hay tres procedimientos:

1. - Estimación visual: se determina el punto medio del tramo de máxima pendiente del salto o de los saltos de la curva de valoración y se acepta que dicho punto coincide con el punto de equivalencia; de hecho esta hipótesis solo es correcta para reacciones con estequiometría 1:1; pero aun en casos donde no es válida, el error cometido es mínimo si el cambio de potencial alrededor del punto de equivalencia es grande. La estimación visual puede reforzarse mediante el procedimiento de las paralelas. (4,9)

2. - Primera derivada. Se calcula la variación de potencial por unidad de volumen entre dos lecturas consecutivas y se representa frente al volumen promedio es decir:

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} = \frac{E_n - E_{n-1}}{V_n - V_{n-1}} \quad \text{frente a} \quad \frac{V_n + V_{n-1}}{2}$$

Se obtiene una curva cuyo máximo (o máximos) corresponde al punto (o puntos) de equivalencia. Al igual que en el caso de la estimación visual, lo que de hecho se determina es el punto de inflexión de la curva de valoración.

3. - Segunda derivada: Se calcula la variación de la primera derivada del potencial por unidad de volumen, es decir:

$$\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2}$$

La representación de los datos en función del volumen promedio da una curva, cuya ordenada es igual a cero en el punto de equivalencia.

Experimentación

Materiales y Métodos.

<ul style="list-style-type: none">• Potenciómetro Oakton mod. WD-35620-17• Potenciómetro Orion mod. 520 A con interfase• Bureta de 50 ml Kimax y llave de teflón.• Electrodo combinado de vidrio Hanna Instruments• Pipeta graduada de 10 ml Pyrex.• Barra magnética• Agitador magnético	<ul style="list-style-type: none">• Vasos de pp. de 250 ml Pyrex.• Soporte Universal con pinzas y nuez• Matraz volumétrico de 500 ml Kimax USA• Soluciones buffer de 2, 4, 7, 10 y 13 JT Baker• Ácido Fosfórico, J.T. Baker• Hidróxido de Potasio, J.T. Baker• Discos 3 ½ " (DER Disco Electrodo de Referencia)
--	---

Preparación de los Discos de 3 ½"

(DER, Disco Electrodo de Referencia)

Para iniciar la prueba de los sistemas de almacenamiento primero se colectaron discos de diferentes marcas y se procedieron abrir de la siguiente manera



Una vez obtenido el centro de fierro y el acetato se procede a dividir en 8 y tomar una de estas partes y se procede a iniciar las mediciones de pH.

A cada una de estas porciones de discos de 3½" de diferentes marcas se identifican de la siguiente manera: DER 1, DER 2, DER 3 y DER 4.

Etapa 1

Verificación del funcionamiento del sistema DER en cuanto a a) Ley de Nernst b). Tiempo de recuperación c) Estabilidad

Método experimental

Para verificar la Ley de Nernst y el Tiempo de Recuperación, el sistema DER Junto con un electrodo de vidrio combinado comercial, se sumergen en soluciones amortiguadoras en el orden de pH 2, 4, 7, 10 y 13, a cada valor de pH se le mide el valor del potencial, inmediatamente se repiten las mediciones de potencial pero en orden inverso de pH 13, 10, 7, 4 y 2 tal y como se muestra en la figura 4. Para verificar la estabilidad se repite esta misma experimentación a las 0, 24, 48 y 72 horas

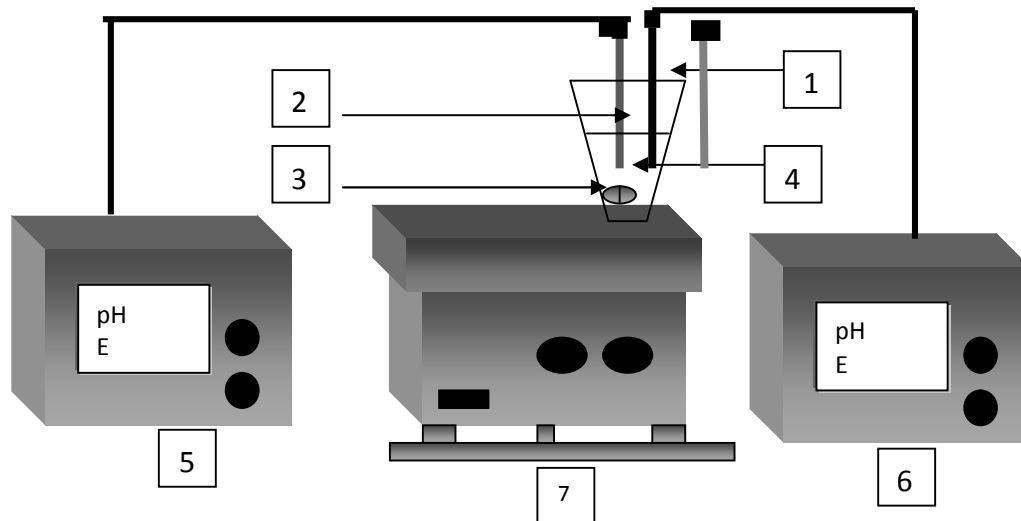


Figura 4. Montaje experimental para verificar la Ley de Nernst y el Tiempo de Recuperación del sistema DER

1.Electrodo convencional de Vidrio	5.Potenciómetro
2.DER y Electrodo de Referencia	6.Potenciómetro
3.Barra magnética	7. Agitador Magnético
4.Solución Buffer	

Resultados

Las tablas de los resultados individuales de potencial obtenido para cada valor de pH amortiguado así como las regresiones correspondientes se muestran en el anexo I, Las tablas 1, 2, 3 y 4 muestran los datos acumulados de la regresiones obtenidas para cada sistema DER a los tiempos mencionados.

Tabla 1. Resultados obtenidos durante la Etapa 1 en el tiempo 00 hrs.

00 hrs.	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
ph 2-13	$y = -0.0301x - 0.383$	$y = -0.0293x - 0.3844$	$y = -0.0284x - 0.3803$	$y = -0.0284x - 0.3803$
Correlación	0.9873	0.9736	0.9872	0.9872
ph 13-2	$y = -0.0293x - 0.3844$	$y = -0.0301x - 0.383$	$y = -0.0283x - 0.3912$	$y = -0.0274x - 0.3926$
Correlación	0.9736	0.9873	0.9822	0.9746

Tabla 2. Resultados obtenidos durante la Etapa 1 en el tiempo 24 hrs.

24 hrs.	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
ph 2-13	$y = -0.0322x - 0.3834$	$y = -0.0320x - 0.3943$	$y = -0.0305x - 0.4003$	$y = -0.0333x - 0.3916$
Correlación	0.9796	0.9958	0.9722	0.9896
ph 13-2	$y = -0.0322x - 0.3834$	$y = -0.0312x - 0.3902$	$y = -0.0314x - 0.3989$	$y = -0.0333x - 0.3916$
Correlación	0.9796	0.9974	0.9871	0.9896

Tabla 3. Resultados obtenidos durante la Etapa 1 en el tiempo 48 hrs.

48 hrs.	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
ph 2-13	$Y = -0.032x - 0.3997$	$y = -0.0293x - 0.4039$	$y = -0.0329x - 0.3929$	$y = 0.0293x - .4094$
Correlación	0.9858	0.9922	0.9851	0.9736
ph 13-2	$Y = -0.0324x - 0.3959$	$y = -0.0283x - 0.4162$	$y = -0.0302x - 0.4025$	$y = -0.0293x - 0.4039$
Correlación	0.9812	0.9822	0.9847	0.9922

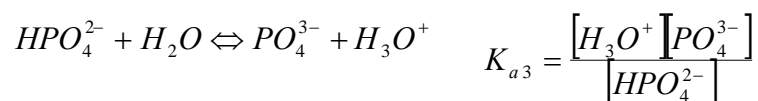
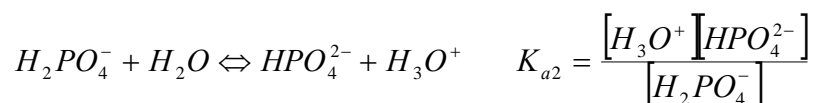
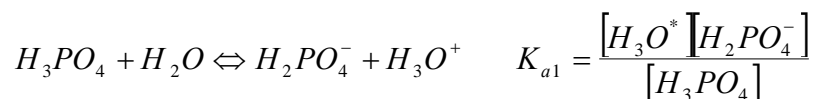
Tabla 4. Resultados obtenidos durante la Etapa 1 en el tiempo 72 hrs.

72 hrs.	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
ph 2-13	$y = -0.0239x - 0.4178$	$y = -0.0221x - 0.426$	$y = -0.0239x - 0.4178$	$y = -0.0239x - 0.4178$
Correlación	0.9856	0.9727	0.9856	0.9856
ph 13-2	$y = -0.0239x - 0.4178$	$y = -0.0221x - 0.426$	$y = -0.0239x - 0.4178$	$y = -0.0239x - 0.4178$
Correlación	0.9856	0.9727	0.9856	0.9856

Se demuestra que los cuatro sistemas DER cumple con la Ley de Nernts ya que las ordenadas al origen son muy cercanas al 0.0296 que marca la ecuación, por lo tanto hay una cinética de reacción rápida y tomando como criterio de aceptación una regresión mayor o igual a 0.97 se comprueba que se puede utilizar cualquiera de los cuatro sistemas DER ya que cumplen con todos los criterios.

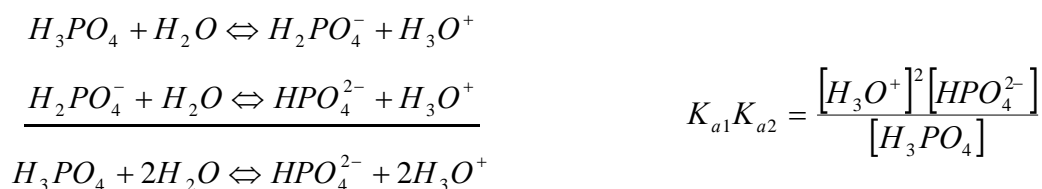
Etapa 2

El ácido fosfórico es un ácido polifuncional típico. En solución acuosa experimenta las tres reacciones de disociación siguientes:

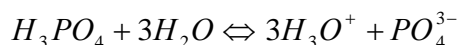


Al igual que con otros ácidos polipróticos, para este ácido $K_{a1} > K_{a2} > K_{a3}$.

Cuando se suman dos equilibrios sucesivos, la constante de equilibrio de la reacción global es el producto de las dos constantes. Así, para los dos primeros equilibrios de disociación para el H_3PO_4 , se puede expresar:



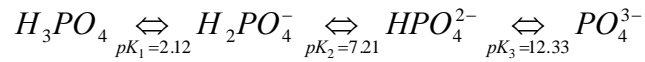
De igual manera para la reacción:



Podemos escribir:

$$K_{a1}K_{a2}K_{a3} = \frac{[H_3O^+]^3 [PO_4^{3-}]}{[H_3PO_4]}$$

De manera experimental al realizar la valoración del ácido fosfórico se tiene que:



Primer punto de equivalencia: $pH = \frac{1}{2}(pK_1 + pK_2) = \frac{1}{2}(2.12 + 7.21) = 4.67$

Segundo punto de equivalencia: $pH = \frac{1}{2}(pK_2 + pK_3) = \frac{1}{2}(7.21 + 12.33) = 9.77$

Tercer punto de equivalencia: El tercer H^+ no produce punto final aprovechable solo es detectable la solución reguladora.

Método experimental

Utilizando el sistema DER, se procedió a realizar por triplicado la titulación de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M, utilizando el siguiente montaje experimental:

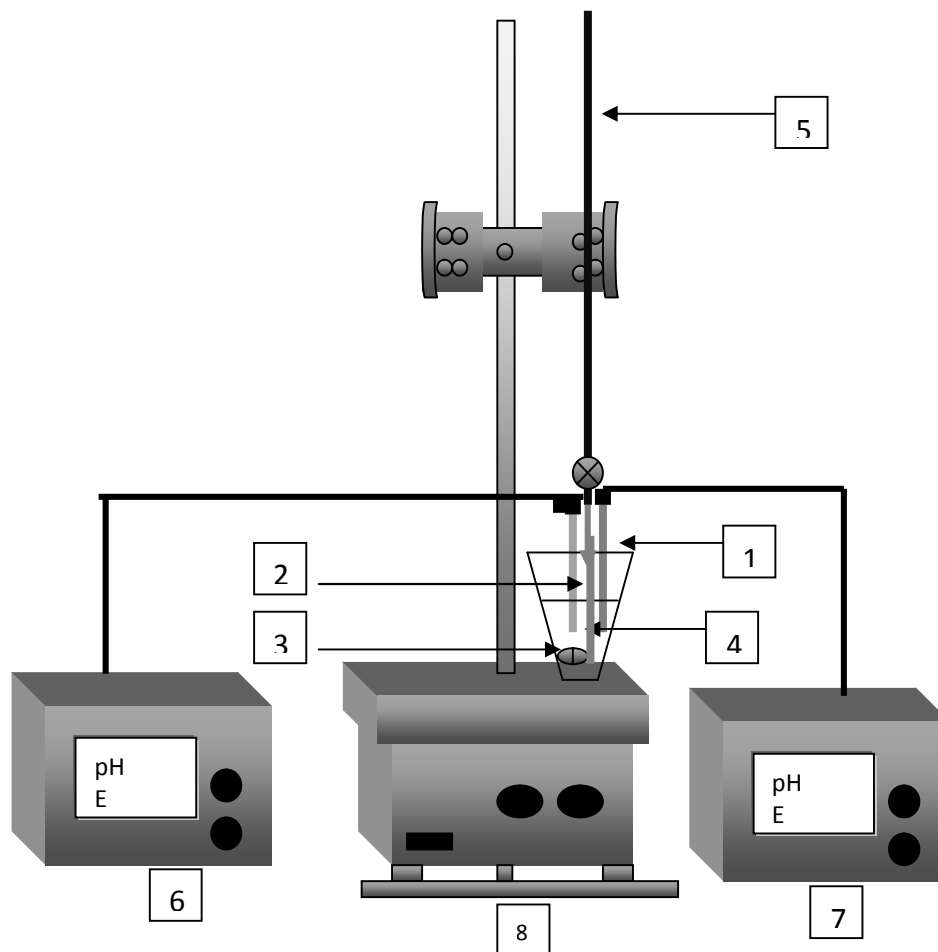


Figura 5. Montaje experimental para verificar la Valoración de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.

1.Electrodo convencional de Vidrio	5.Bureta con KOH 0.05 M
2.Electrodo DER y Electrodo de Referencia	6.Potenciómetro
3.Barra magnética	7.Potenciómetro
4.Acido Fosfórico 0.0155 M	8.Agitador Magnético

Resultados

Las tablas de los resultados individuales para cada valoración se muestran en el anexo 2, Las tablas 5 y 6 muestran los resultados de volumen de punto de equivalencia obtenidos por el método de la primera derivada para el Electrodo de Vidrio y el Electrodo DER.

Volumen de Punto de Equivalencia para Electrodo de Vidrio		
Valoración	Volumen 1	Volumen 2
1	3.00	6.50
2	3.00	6.75
3	3.00	6.75

Tabla 5. Resultados obtenidos para el Electrodo de Vidrio.

Volumen de Punto de Equivalencia para Electrodo DER		
Valoración	Volumen 1	Volumen 2
1	3.00	6.75
2	3.00	6.75
3	3.00	6.75

Tabla 6. Resultados obtenidos para el Electrodo DER.

Discusión

De acuerdo al montaje mostrado en la figura 5, las graficas 34, 38 y 42 obtenidas para la valoración del Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M y los resultados obtenidos para el volumen de valoración del primer punto de equivalencia (tablas 5 y 6) de 3.0 ml tanto para el electrodo convencional de vidrio como para el sistema DER, el disket de 3 ½ acoplado con un electrodo de referencia convencional funciona de manera equivalente a un electrodo convencional de vidrio combinado para las valoraciones ácido-base. El volumen de valoración para el segundo punto de equivalencia en el electrodo convencional de vidrio se obtuvo en el promedio de tres valoraciones en 6.67 ml (tabla 5), para el sistema DER se obtuvo en el promedio de tres valoraciones 6.58 ml (tabla 6), en ambos casos no corresponde al valor teóricamente esperado.

Conclusiones

Los resultados obtenidos demuestran que la presencia de un par electroquímico (en este caso óxido de Fe^{II}/Fe⁰) de cinética rápida, conductores de corriente y sin reacciones colaterales (complejación, precipitación o ácido-base), permiten su utilización como un electrodo indicador de pH en el intervalo de 2 a 13, demostrado experimentalmente. En el presente trabajo, los diskets de 3½" son utilizados como electrodos para medir pH, demostrándose con esto que electrodos elaborados con películas de óxidos (óxido de Fe^{II} y óxido de Fe^{III}) sobre acero inoxidable, pueden ser utilizados como electrodos indicadores de pH.

Bibliografía

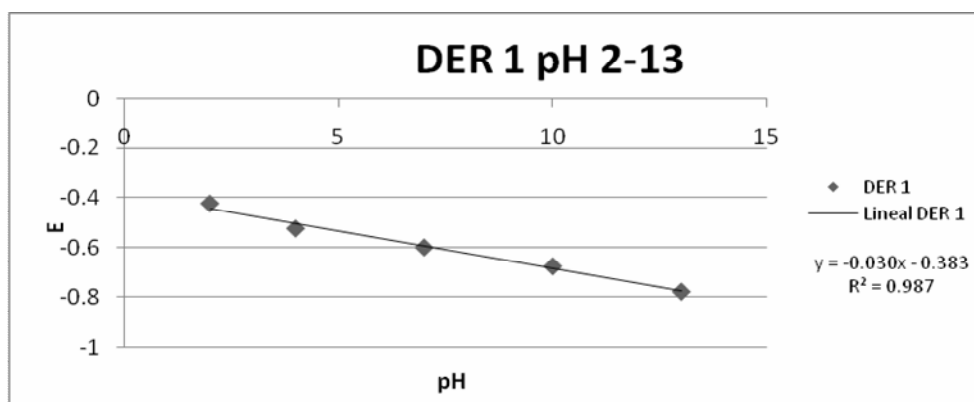
1. Martínez Estrada Abigail y Ramírez Vázquez Nancy R. ***Elaboración y Prueba de las POSAI-316 como electrodos indicadores en Titulaciones Redox que involucran al Hierro*** .Tesis. UNAM FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 1998.
2. Garay Hernández Diana. ***Electropulido de acero inoxidable y su efecto sobre las películas de óxido como sensores de pH***. Tesis. UNAM FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 1998.
3. Reyes Colin Miguel A. ***Aplicaciones de las Películas de Oxido sobre Acero Inoxidable 316 (POSAI-316)***. Tesis. UNAM FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 1994.
4. Domínguez Delgadillo Miguel A. ***Estudio de la respuesta al pH del Electrodo de Acero Inoxidable 316 con electropulido***. Tesis. UNAM FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 2004.
5. Galicia Álvarez. ***Elaboración y prueba de un electrodo combinado Plata-POSAI***. Tesis. UNAM FESC, Cuautitlán Izcalli, Estado de México.
6. Daniel C. Harris. ***“Análisis Químico Cuantitativo”***. Editorial Reverté, 2^a ed, España, 2001.
7. Dominique Pradeau et al. ***“Análisis Químicos Farmacéuticos de Medicamentos”***. Ed Uthea, 1^a edición 1998.
8. Guiteras Jacinto. ***“Curso Experimental en Química Analítica”***. Ed. Síntesis, México 1990.pp.54-61,101-102.

9. Rosales. V. G, J. de J Pérez Saavedra. ***Estudio Potenciométrico del Ácido Fluorhídrico con Electrodo POSAI-316.*** Rev. Soc. Quím. Mex., 1998. 42/4 182-185.
10. Samano Osuna, Rosalía Eurídice. **Aplicación de las Películas de Oxido sobre Acero Inoxidable 316 para la Elaboración de Ocho Curvas de Valoración Ácido-Base.** Tesis de Licenciatura. IQ. FESC-UNAM, 1992.
11. Pineda Gaona, Esperanza. **Elaboración de dos Electrodo de Estado Sólido, uno Selectivo para Cloruros y otro a Yoduros.** Tesis de Licenciatura. IQ. FESC-UNAM, 1991.
12. Klingeman Silva, Martha. **Elaboración y Evaluación del Electrodo de Acero Inoxidable 316 Electro pulido como Electrodo Indicador en Titulaciones Redox de Soluciones que Involucran al Hierro.** Tesis de Licenciatura. IQ. FESC-UNAM, 2004.
13. Van Houdt, Paulus et. al. **Iridium Oxide ph Microelectrode.** *Biotechnology and Bioengineering.* Vol. 40, 1992, pp 601-608.
14. Willard, Howard H. et. al. **Métodos Instrumentales de Análisis.** Cia. Editorial Continental, S.A. de C.V., 1984, capítulos 20-21.

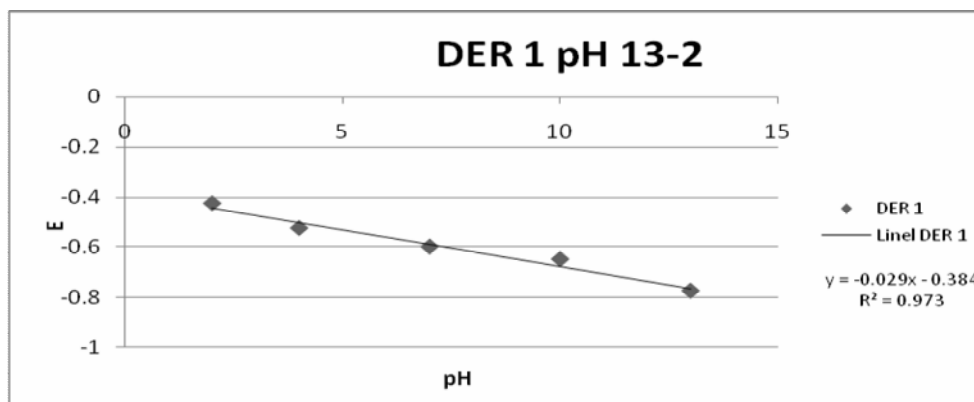
ANEXO 1

pH	pH Exp	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
2	2	-0.425	-0.425	-0.425	-0.425
4	4	-0.525	-0.525	-0.5	-0.5
7	7	-0.6	-0.6	-0.6	-0.6
10	9.6	-0.675	-0.65	-0.65	-0.65
13	11.8	-0.775	-0.775	-0.75	-0.75
10	9.7	-0.65	-0.675	-0.675	-0.65
7	7	-0.6	-0.6	-0.6	-0.6
4	4	-0.525	-0.525	-0.525	-0.525
2	2	-0.425	-0.425	-0.425	-0.425

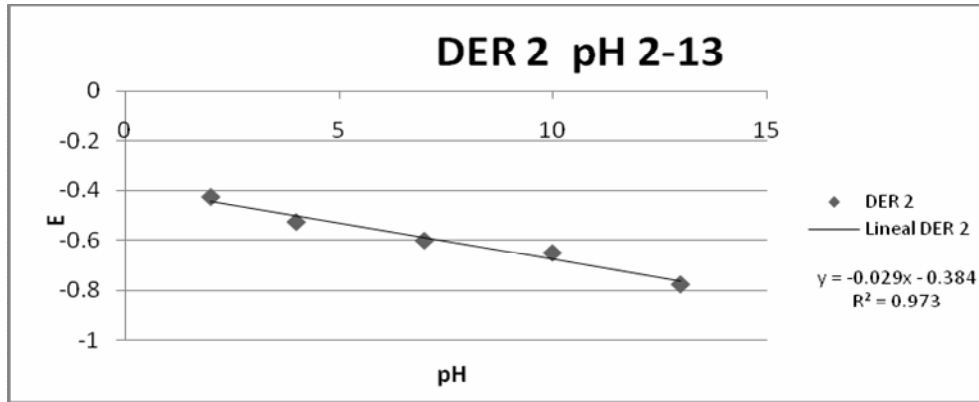
Tabla A. Experimentación realizada en el Tiempo 00 hrs.



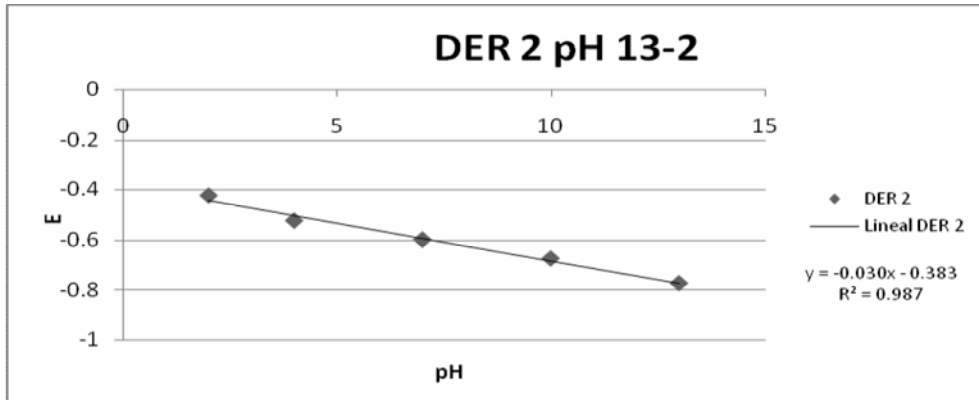
Grafica 1. Medición de pH de 2 a 13 para DER 1(00 hrs).



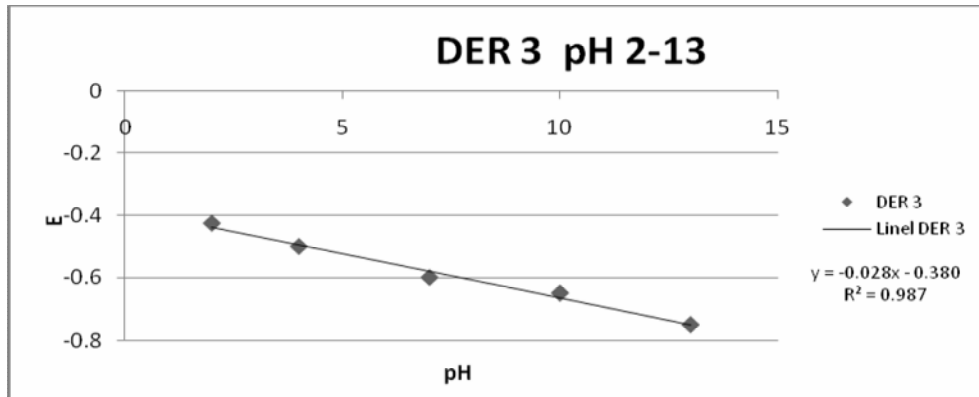
Grafica 2. Medición de pH de 13 a 2 para DER 1(00 hrs).



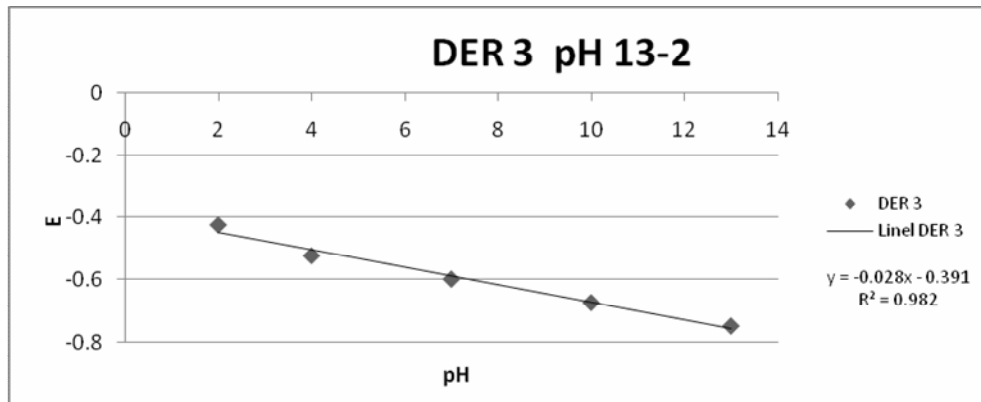
Grafica 3. Medición de pH de 2 a 13 para DER 2(00 hrs).



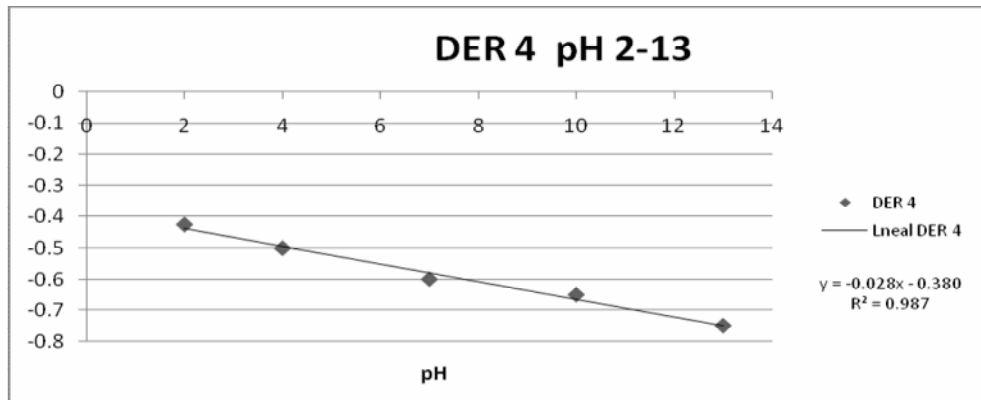
Grafica 4. Medición de pH de 13 a 2 para DER 2(00 hrs).



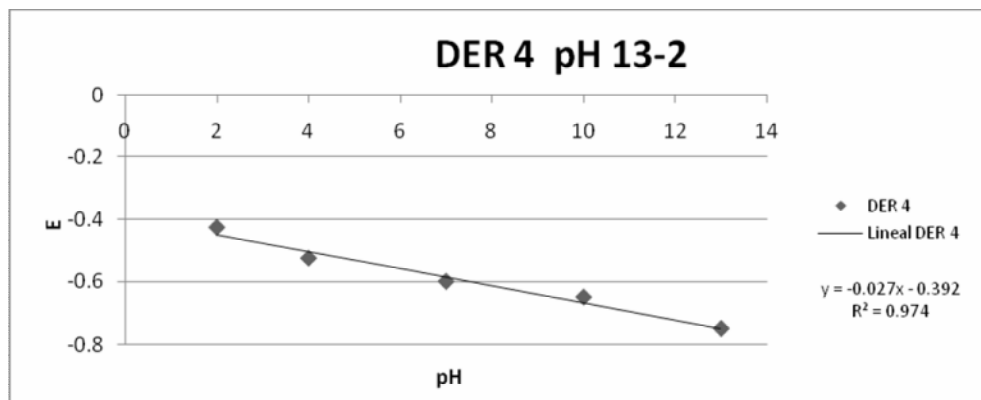
Grafica 5. Medición de pH de 2 a 13 para DER 3(00 hrs).



Grafica 6. Medición de pH de 13 a 2 para DER 3(00 hrs).



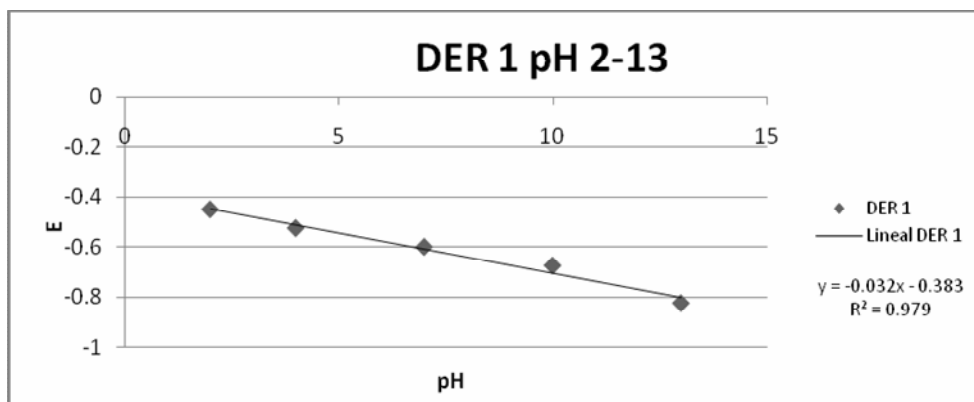
Grafica 7. Medición de pH de 2 a 13 para DER 4(00 hrs).



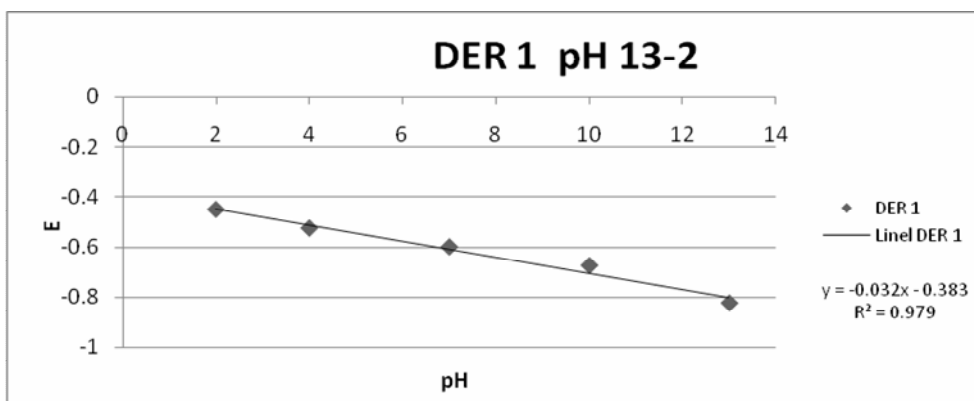
Grafica 8. Medición de pH de 13 a 2 para DER 4(00 hrs).

pH Exp	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4	pH Exp
1.9	-0.45	-0.45	-0.475	-0.45	1.9
3.9	-0.525	-0.525	-0.525	-0.525	3.9
6.9	-0.6	-0.625	-0.6	-0.6	6.9
9.5	-0.675	-0.725	-0.675	-0.675	9.5
11.5	-0.825	-0.8	-0.825	-0.8	11.5
9.5	-0.675	-0.7	-0.7	-0.675	9.5
6.9	-0.6	-0.6	-0.6	-0.6	6.9

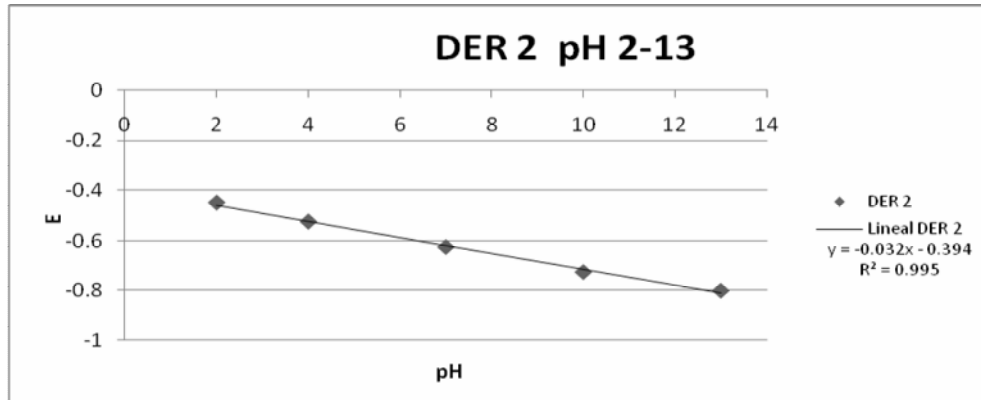
Tabla B. Experimentación realizada en el tiempo 24 hrs.



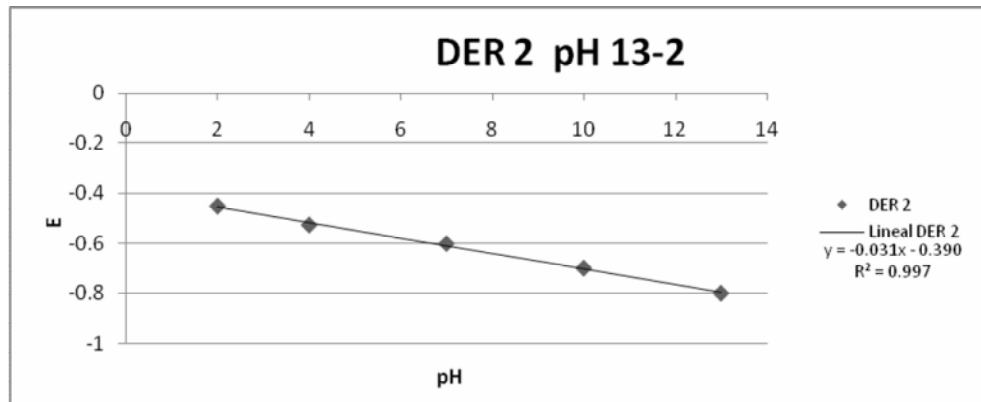
Grafica 9. Medición de pH de 2 a 13 para DER 1(24 hrs).



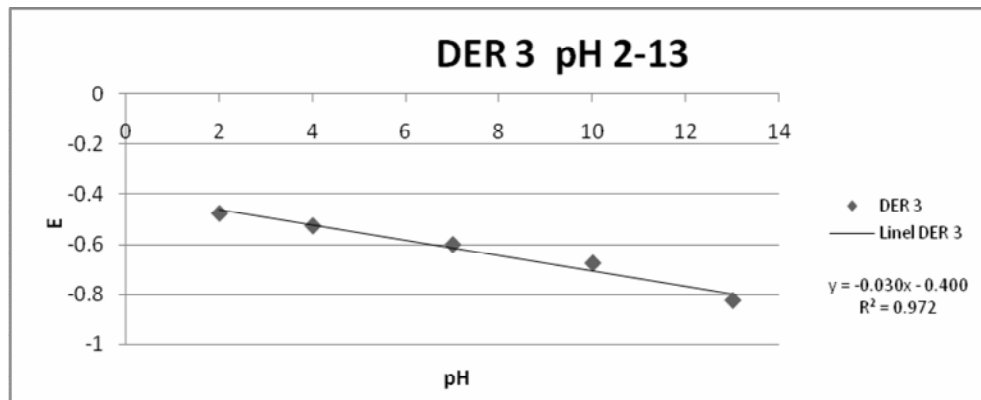
Grafica 10. Medición de pH de 13 a 2 para DER 1(24 hrs).



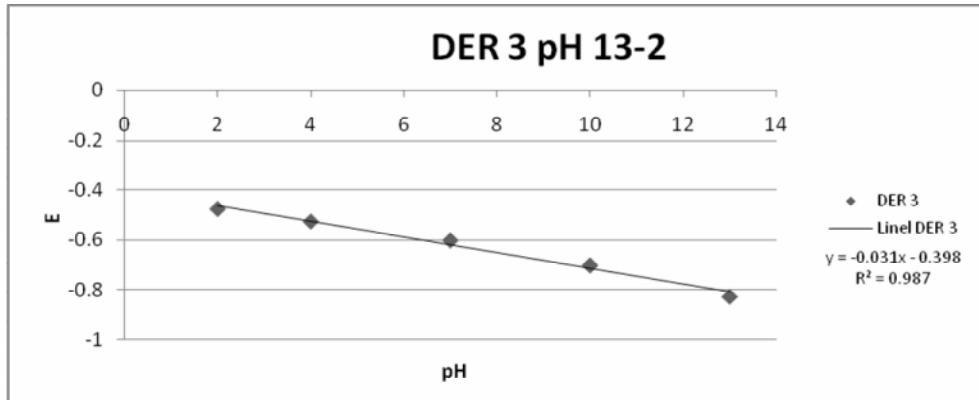
Grafica 11. Medición de pH de 2 a 13 para DER 2(24 hrs).



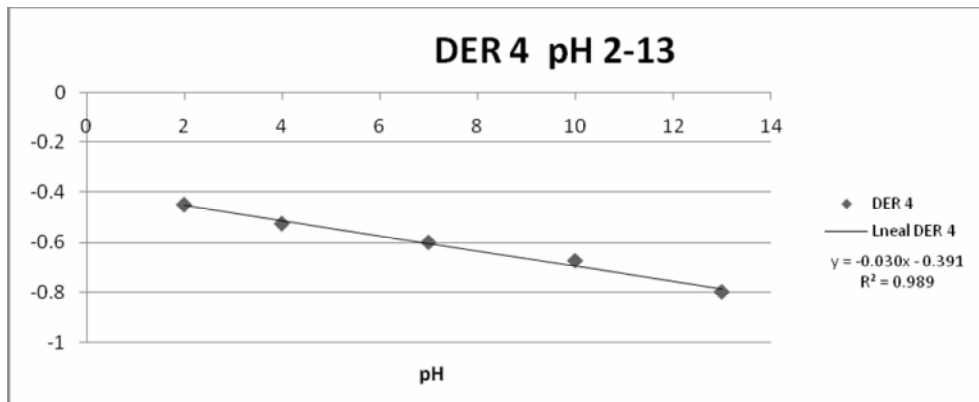
Grafica 12. Medición de pH de 13 a 2 para DER 2(24 hrs).



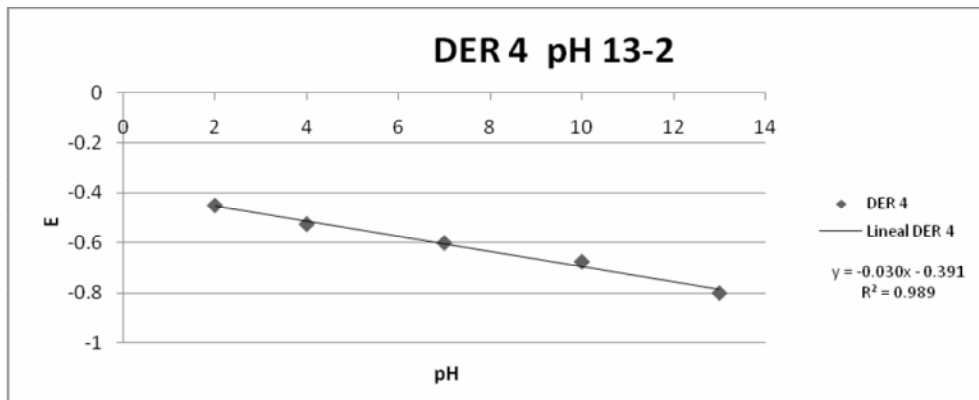
Grafica 13. Medición de pH de 2 a 13 para DER 3(24 hrs).



Grafica 14. Medición de pH de 13 a 2 para DER 3(24 hrs).



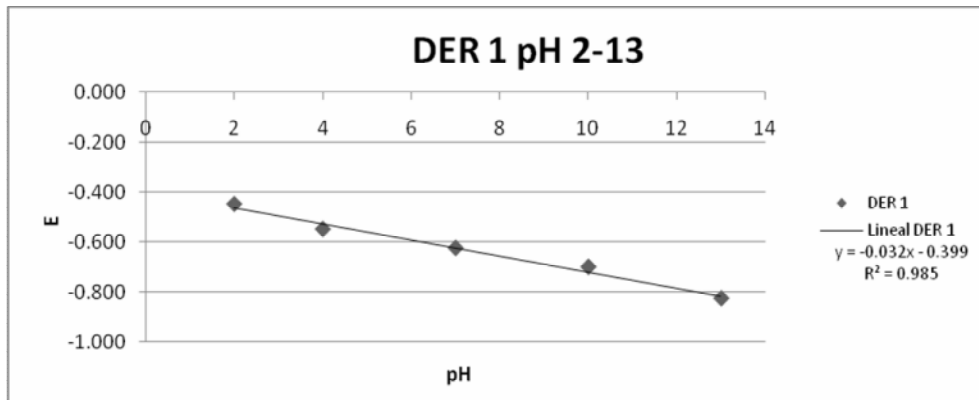
Grafica 15. Medición de pH de 2 a 13 para DER 4(24 hrs).



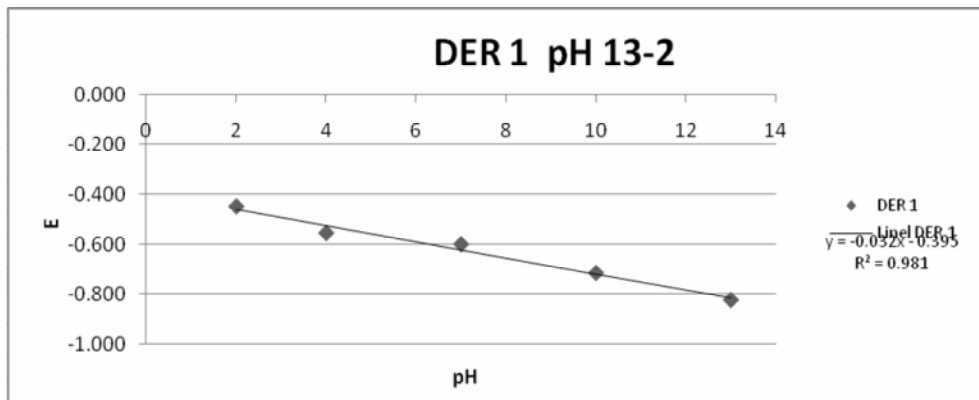
Grafica 16. Medición de pH de 13 a 2 para DER 4(24 hrs).

pH	pH Exp	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
2	2	-0.450	-0.450	-0.450	-0.450
4	4	-0.550	-0.525	-0.525	-0.525
7	7	-0.625	-0.625	-0.625	-0.650
10	9.6	-0.700	-0.7	-0.75	-0.7
13	11.7	-0.825	-0.775	-0.800	-0.775
10	9.6	-0.715	-0.7	-0.7	-0.7
7	7	-0.600	-0.625	-0.600	-0.625
4	4	-0.555	-0.550	-0.550	-0.525
2	2	-0.450	-0.450	-0.450	-0.450

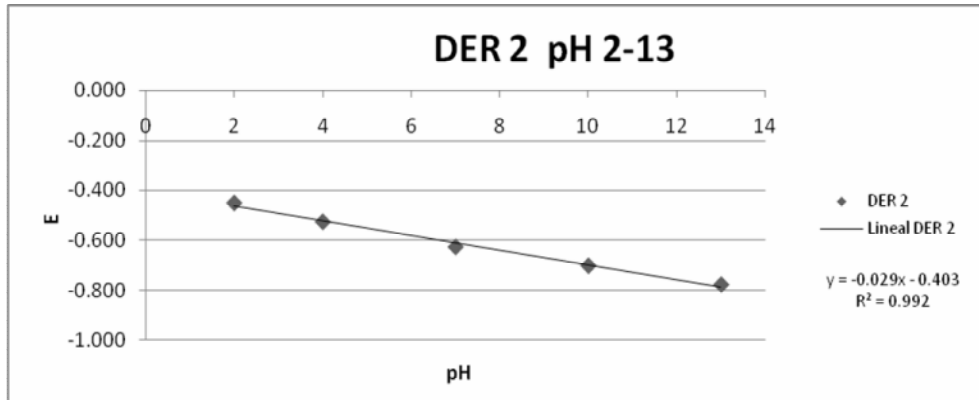
Tabla C. Experimentación realizada en el tiempo 48 hrs.



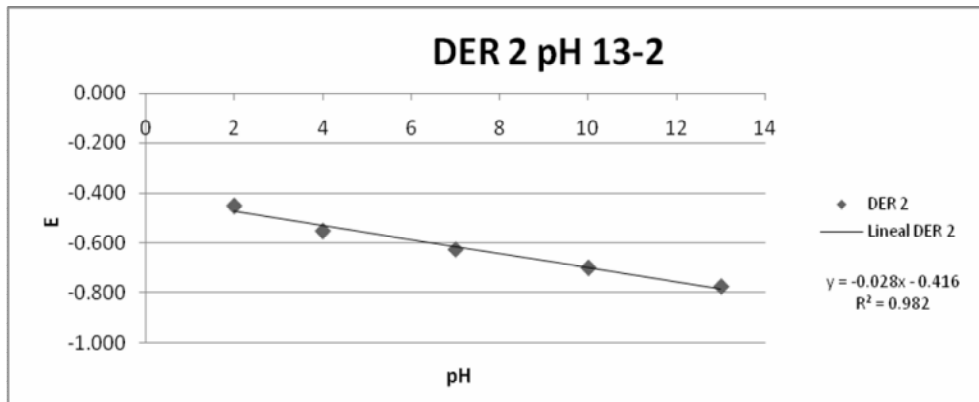
Grafica 17. Medición de pH de 2 a 13 para DER 1 (48 hrs).



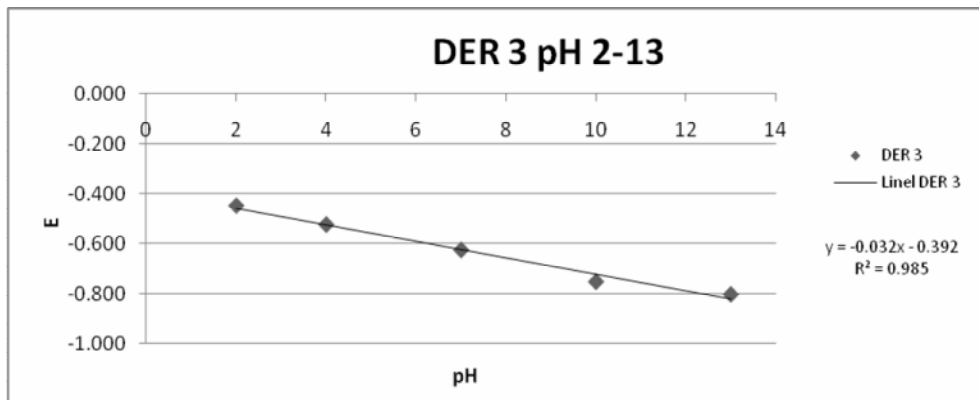
Grafica 18. Medición de pH de 13 a 2 Para DER 1(48 hrs).



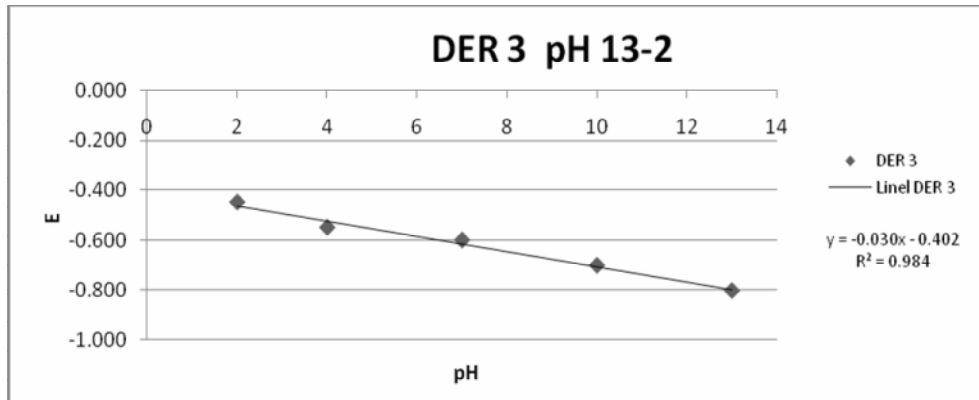
Grafica 19. Medición de pH de 2 a 13 para DER 2(48 hrs)



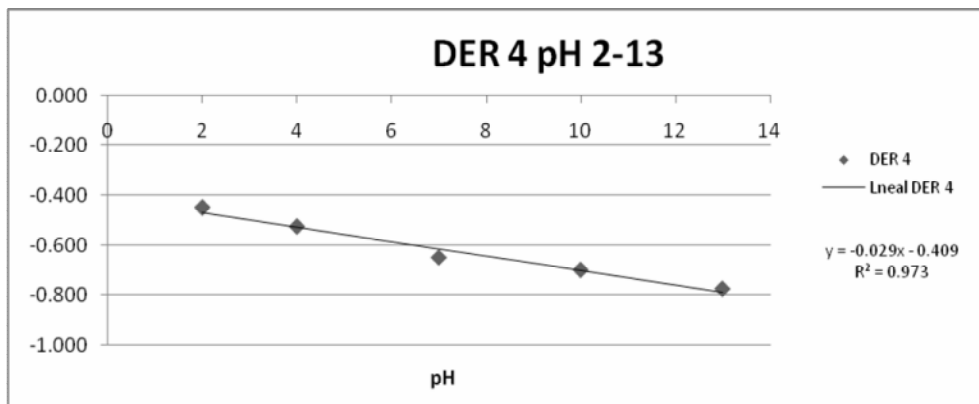
Grafica 20. Medición de pH de 13 a 2 para DER 2(48 hrs).



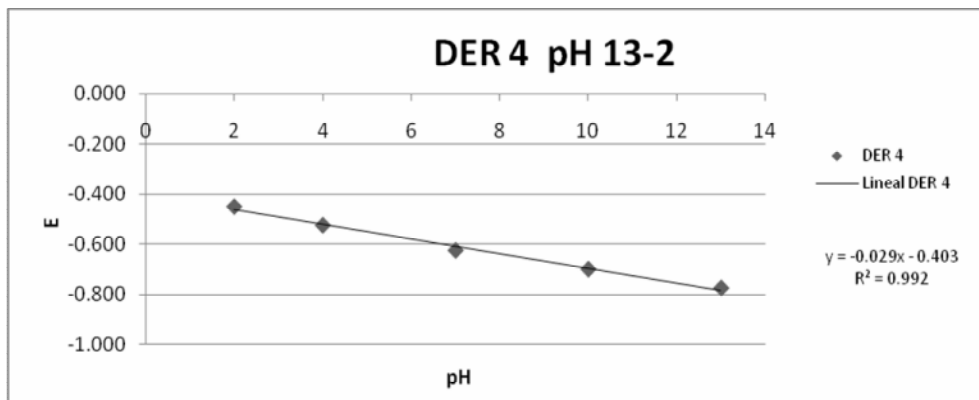
Grafica 21. Medición de pH de 2 a 13 para DER 3 (48 hrs).



Grafica 22. Medición de pH de 13 a 2 para DER 3 (48 hrs).



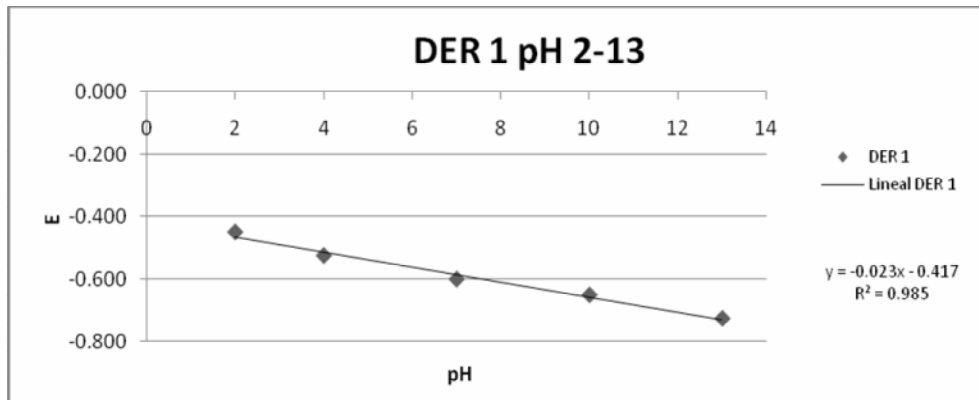
Grafica 23. Medición de pH de 2 a 13 para DER 4 (48 hrs).



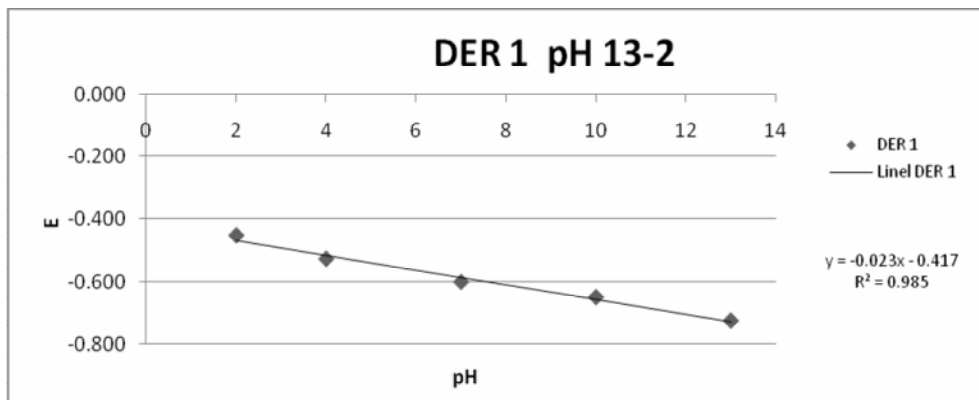
Grafica 24. Medición de pH de 13 a 2 para DER 4 (48 hrs).

pH	pH Exp	DER 1	DER 2	DER 3	DER 4
2	2	-0.450	-0.450	-0.450	-0.450
4	4	-0.525	-0.525	-0.525	-0.525
7	7	-0.600	-0.600	-0.600	-0.600
10	9.6	-0.650	-0.650	-0.650	-0.650
13	11.7	-0.725	-0.700	-0.725	-0.725
10	9.6	-0.650	-0.650	-0.650	-0.650
7	7	-0.600	-0.600	-0.600	-0.600
4	4	-0.525	-0.525	-0.525	-0.525
2	2	-0.450	-0.450	-0.450	-0.450

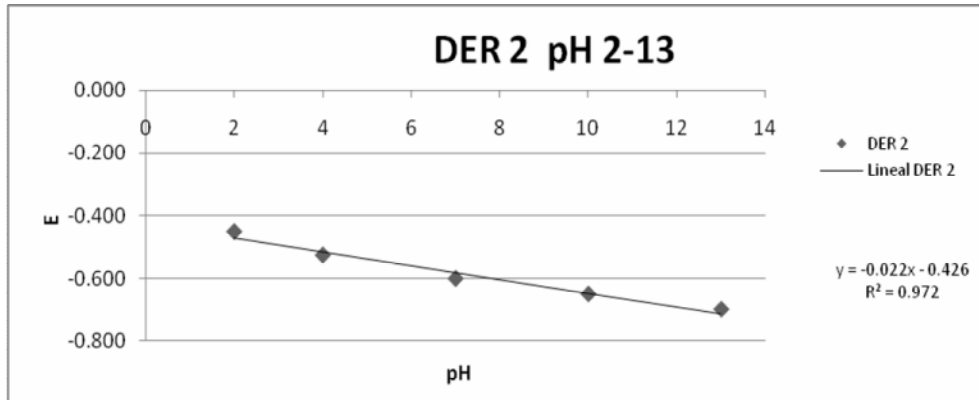
Tabla D. Experimentación realizada en el tiempo 72 hrs.



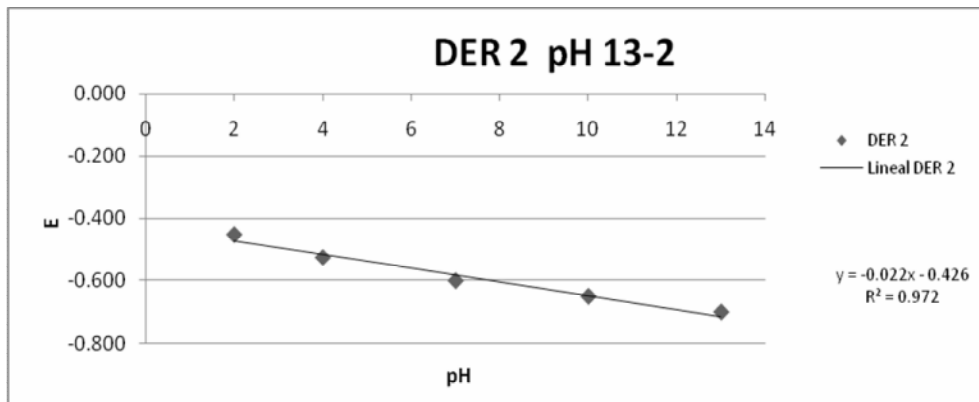
Grafica 25. Medición de pH de 2 a 13 para DER 1 (72 hrs).



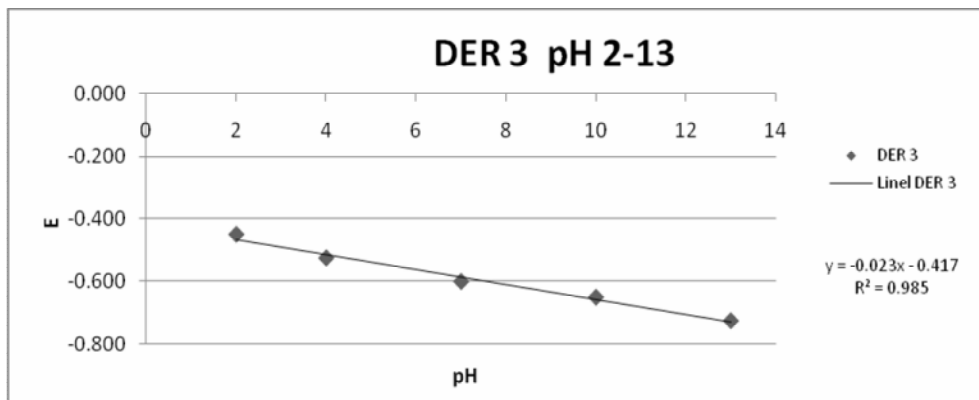
Grafica 26. Medición de pH de 13 a 2 para DER 1 (72 hrs).



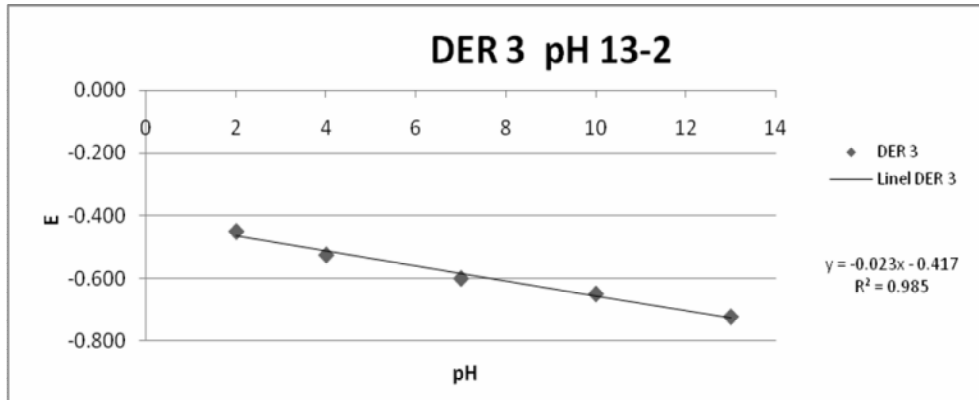
Grafica 27. Medición de pH de 2 a 13 para DER 2 (72 hrs).



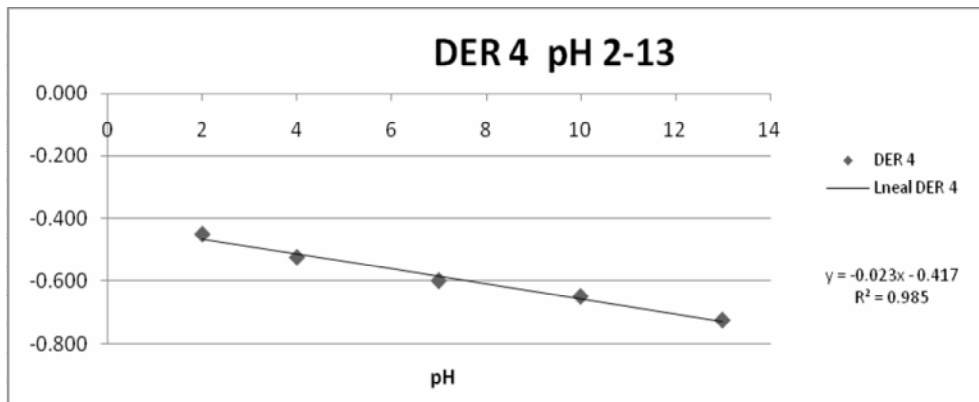
Grafica 28. Medición de pH de 13 a 2 para DER 2 (72 hrs).



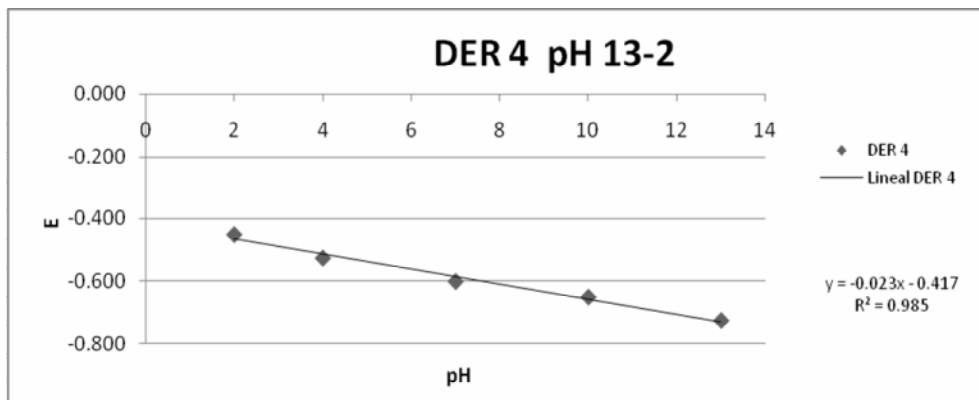
Grafica 29. Medición de pH de 2 a 13 para DER 3 (72 hrs).



Grafica 30. Medición de pH de 13 a 2 para DER 3 (72 hrs).



Grafica 31. Medición de pH de 2 a 13 para DER 4 (72 hrs).

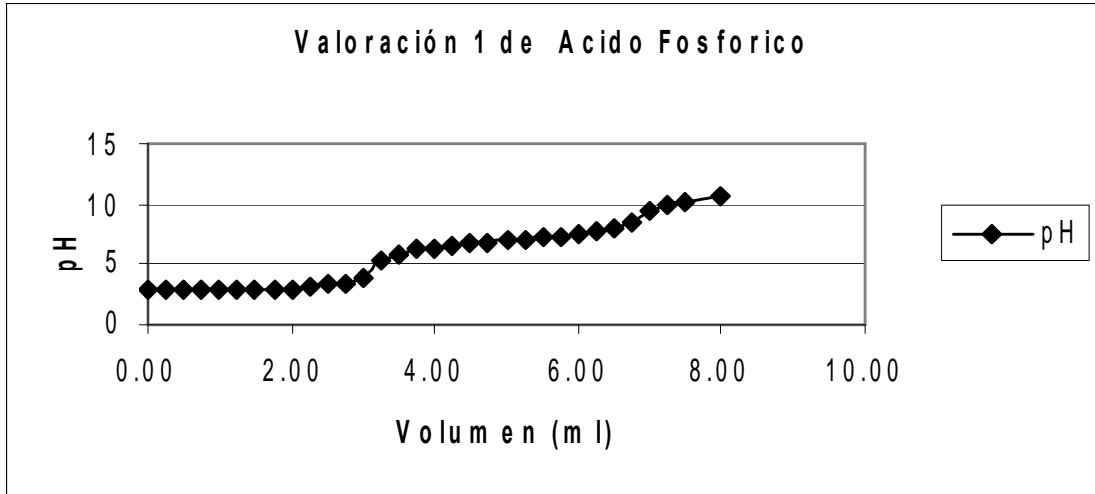


Grafica 32. Medición de pH de 13 a 2 para DER 4 (72 hrs).

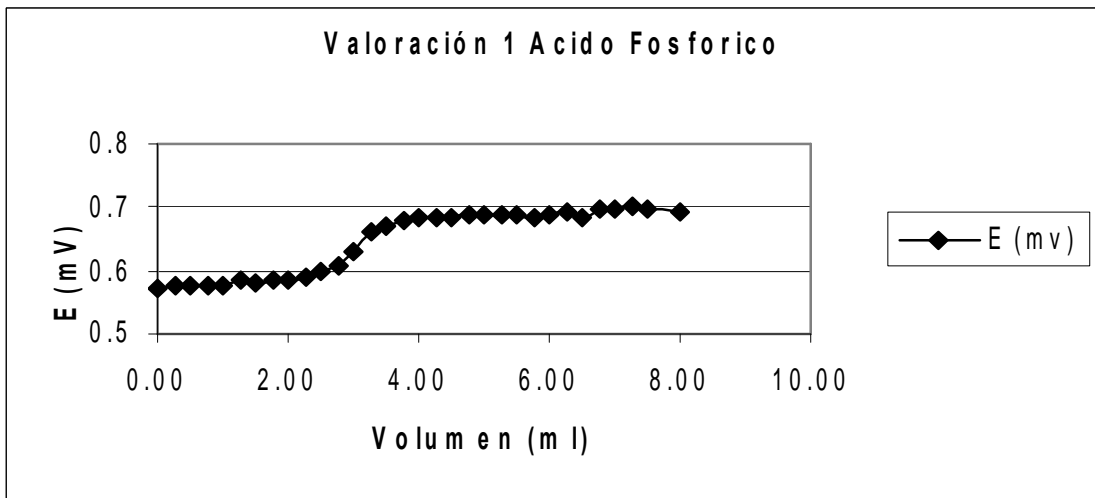
ANEXO 2

Volumen	pH	E (mv)
0.00	2.8	0.572
0.25	2.8	0.576
0.50	2.8	0.576
0.75	2.8	0.576
1.00	2.8	0.576
1.25	2.85	0.584
1.50	2.9	0.582
1.75	3	0.585
2.00	3	0.585
2.25	3.2	0.589
2.50	3.3	0.598
2.75	3.4	0.607
3.00	3.9	0.63
3.25	5.4	0.662
3.50	5.9	0.67
3.75	6.3	0.68
4.00	6.4	0.684
4.25	6.5	0.685
4.50	6.7	0.685
4.75	6.8	0.689
5.00	6.9	0.687
5.25	7.1	0.686
5.50	7.2	0.686
5.75	7.3	0.685
6.00	7.5	0.69
6.25	7.7	0.691
6.50	8	0.684
6.75	8.4	0.696
7.00	9.4	0.697
7.25	10	0.703
7.50	10.2	0.697
8.00	10.7	0.693

Tabla E. Resultados de Valoración 1.



Grafica 33. Valoración 1 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.



Grafica 34. Valoración 1 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.

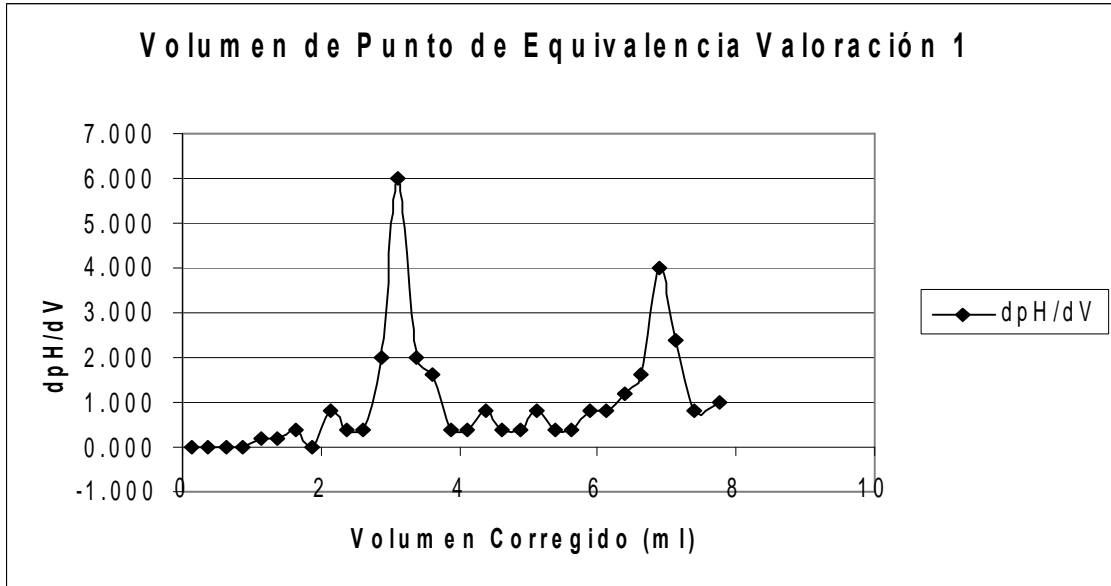
Volumen	pH	dpH	dV	volumen corregido	dpH/dV
0.00	2.8	0.000	0.25	0.125	0.000
0.25	2.8	0.000	0.25	0.375	0.000
0.50	2.8	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	2.8	0.000	0.25	0.875	0.000
1.00	2.8	0.050	0.25	1.125	0.200
1.25	2.85	0.050	0.25	1.375	0.200
1.50	2.9	0.100	0.25	1.625	0.400
1.75	3	0.000	0.25	1.875	0.000
2.00	3	0.200	0.25	2.125	0.800
2.25	3.2	0.100	0.25	2.375	0.400
2.50	3.3	0.100	0.25	2.625	0.400
2.75	3.4	0.500	0.25	2.875	2.000
3.00	3.9	1.500	0.25	3.125	6.000
3.25	5.4	0.500	0.25	3.375	2.000
3.50	5.9	0.400	0.25	3.625	1.600
3.75	6.3	0.100	0.25	3.875	0.400
4.00	6.4	0.100	0.25	4.125	0.400
4.25	6.5	0.200	0.25	4.375	0.800
4.50	6.7	0.100	0.25	4.625	0.400
4.75	6.8	0.100	0.25	4.875	0.400
5.00	6.9	0.200	0.25	5.125	0.800
5.25	7.1	0.100	0.25	5.375	0.400
5.50	7.2	0.100	0.25	5.625	0.400
5.75	7.3	0.200	0.25	5.875	0.800
6.00	7.5	0.200	0.25	6.125	0.800
6.25	7.7	0.300	0.25	6.375	1.200
6.50	8	0.400	0.25	6.625	1.600
6.75	8.4	1.000	0.25	6.875	4.000
7.00	9.4	0.600	0.25	7.125	2.400
7.25	10	0.200	0.25	7.375	0.800
7.50	10.2	0.500	0.5	7.75	1.000
8.00	10.7				

Tabla F. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la Valoración 1.

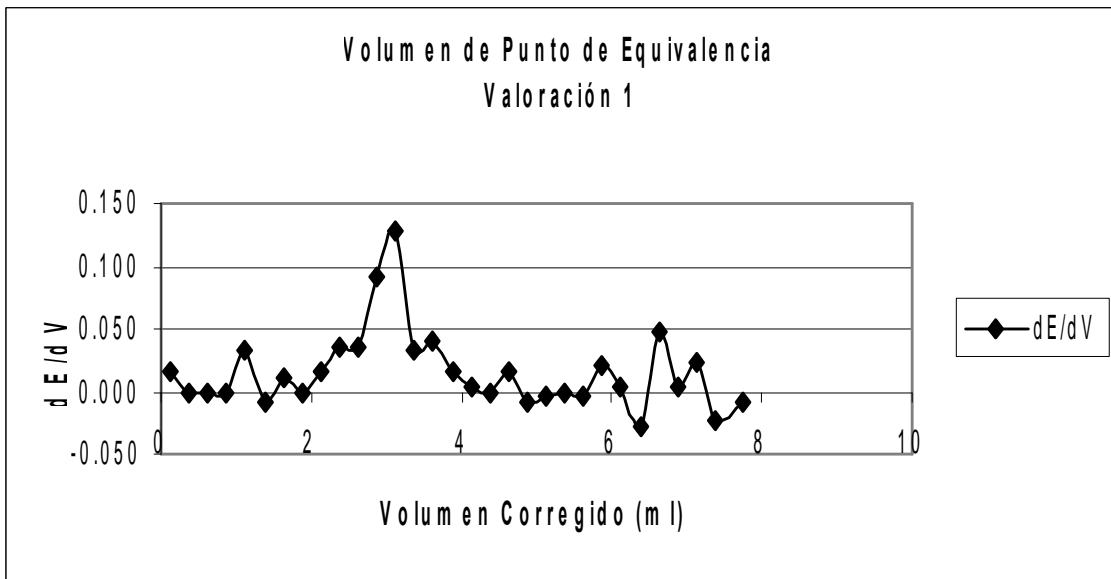
Volumen	E(mv)	dE	dV	volumen corregido	dE/dV
0.00	0.572	0.004	0.25	0.125	0.016
0.25	0.576	0.000	0.25	0.375	0.000
0.50	0.576	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	0.576	0.000	0.25	0.875	0.000
1.00	0.576	0.008	0.25	1.125	0.032
1.25	0.584	-0.002	0.25	1.375	-0.008
1.50	0.582	0.003	0.25	1.625	0.012
1.75	0.585	0.000	0.25	1.875	0.000
2.00	0.585	0.004	0.25	2.125	0.016
2.25	0.589	0.009	0.25	2.375	0.036
2.50	0.598	0.009	0.25	2.625	0.036
2.75	0.607	0.023	0.25	2.875	0.092
3.00	0.630	0.032	0.25	3.125	0.128
3.25	0.662	0.008	0.25	3.375	0.032
3.50	0.670	0.010	0.25	3.625	0.040
3.75	0.680	0.004	0.25	3.875	0.016
4.00	0.684	0.001	0.25	4.125	0.004
4.25	0.685	0.000	0.25	4.375	0.000
4.50	0.685	0.004	0.25	4.625	0.016
4.75	0.689	-0.002	0.25	4.875	-0.008
5.00	0.687	-0.001	0.25	5.125	-0.004
5.25	0.686	0.000	0.25	5.375	0.000
5.50	0.686	-0.001	0.25	5.625	-0.004
5.75	0.685	0.005	0.25	5.875	0.020
6.00	0.690	0.001	0.25	6.125	0.004
6.25	0.691	-0.007	0.25	6.375	-0.028
6.50	0.684	0.012	0.25	6.625	0.048
6.75	0.696	0.001	0.25	6.875	0.004
7.00	0.697	0.006	0.25	7.125	0.024
7.25	0.703	-0.006	0.25	7.375	-0.024
7.50	0.697	-0.004	0.5	7.75	-0.008
8.00	0.693				

Tabla G. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la

Valoración 1.



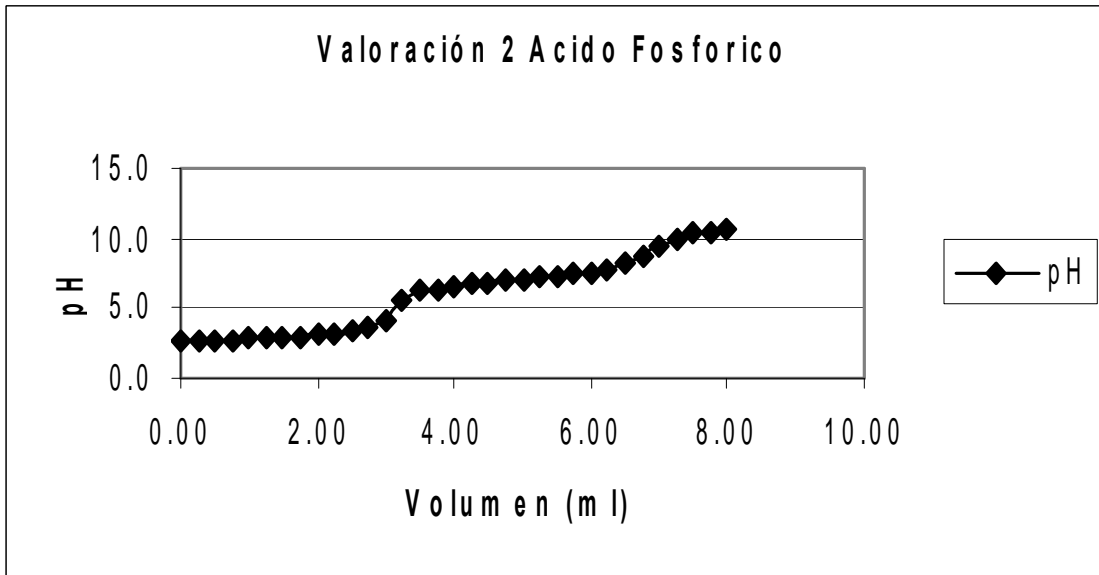
Grafica 35. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 1 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M



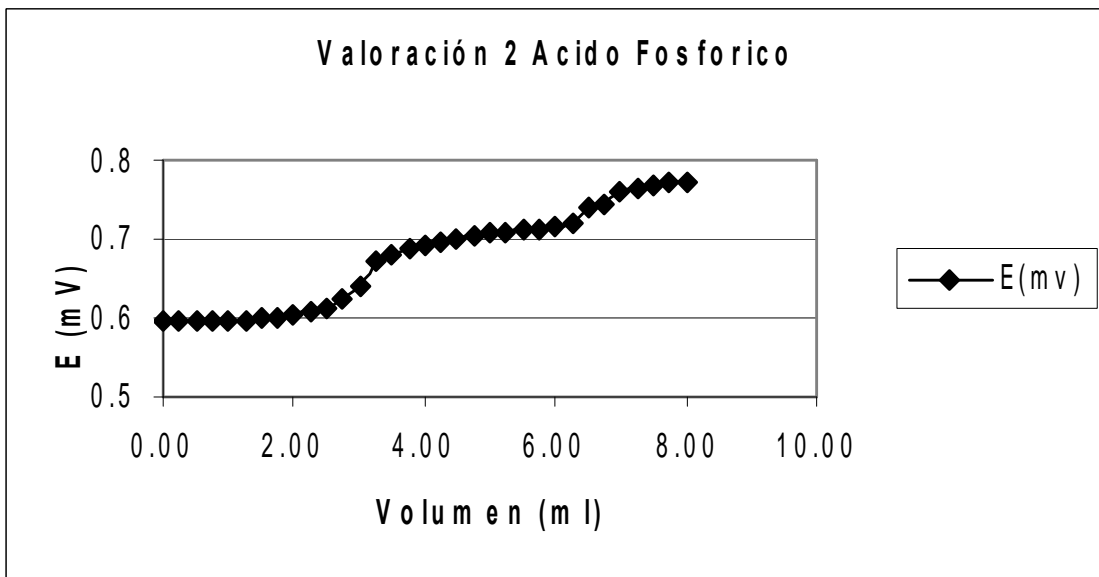
Grafica 36. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 1 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.

Volumen	pH	E(mv)
0.00	2.7	0.595
0.25	2.7	0.596
0.50	2.7	0.595
0.75	2.7	0.595
1.00	2.8	0.596
1.25	2.9	0.597
1.50	2.9	0.599
1.75	3.0	0.601
2.00	3.1	0.603
2.25	3.2	0.607
2.50	3.3	0.613
2.75	3.6	0.624
3.00	4.0	0.642
3.25	5.6	0.673
3.50	6.2	0.681
3.75	6.4	0.689
4.00	6.5	0.691
4.25	6.7	0.698
4.50	6.8	0.701
4.75	6.9	0.705
5.00	7.0	0.708
5.25	7.2	0.71
5.50	7.3	0.711
5.75	7.4	0.712
6.00	7.6	0.717
6.25	7.8	0.719
6.50	8.2	0.74
6.75	8.8	0.745
7.00	9.5	0.761
7.25	10.0	0.763
7.50	10.3	0.769
7.75	10.5	0.773
8.00	10.6	0.771

Tabla H. Resultados de Valoración 2.



Grafica 37. Valoración 2 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.



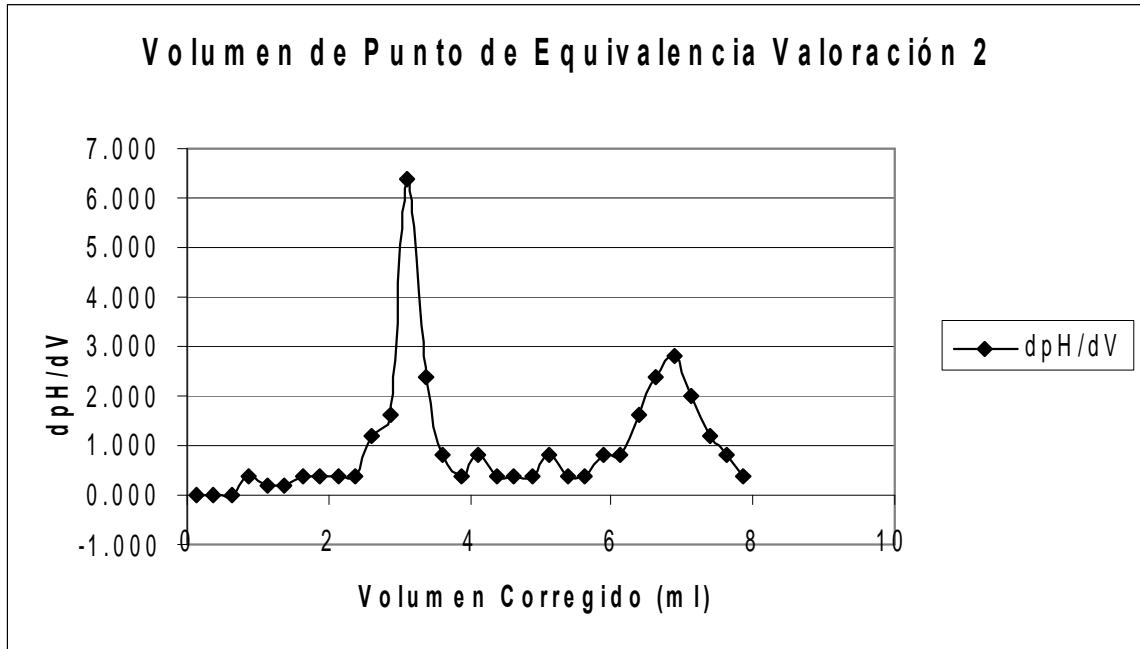
Grafica 38. Valoración 2 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M

Volumen	pH	dpH	dV	volumen corregido	dpH/dV
0.00	2.7	0.000	0.25	0.125	0.000
0.25	2.7	0.000	0.25	0.375	0.000
0.50	2.7	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	2.7	0.100	0.25	0.875	0.400
1.00	2.8	0.050	0.25	1.125	0.200
1.25	2.9	0.050	0.25	1.375	0.200
1.50	2.9	0.100	0.25	1.625	0.400
1.75	3.0	0.100	0.25	1.875	0.400
2.00	3.1	0.100	0.25	2.125	0.400
2.25	3.2	0.100	0.25	2.375	0.400
2.50	3.3	0.300	0.25	2.625	1.200
2.75	3.6	0.400	0.25	2.875	1.600
3.00	4.0	1.600	0.25	3.125	6.400
3.25	5.6	0.600	0.25	3.375	2.400
3.50	6.2	0.200	0.25	3.625	0.800
3.75	6.4	0.100	0.25	3.875	0.400
4.00	6.5	0.200	0.25	4.125	0.800
4.25	6.7	0.100	0.25	4.375	0.400
4.50	6.8	0.100	0.25	4.625	0.400
4.75	6.9	0.100	0.25	4.875	0.400
5.00	7.0	0.200	0.25	5.125	0.800
5.25	7.2	0.100	0.25	5.375	0.400
5.50	7.3	0.100	0.25	5.625	0.400
5.75	7.4	0.200	0.25	5.875	0.800
6.00	7.6	0.200	0.25	6.125	0.800
6.25	7.8	0.400	0.25	6.375	1.600
6.50	8.2	0.600	0.25	6.625	2.400
6.75	8.8	0.700	0.25	6.875	2.800
7.00	9.5	0.500	0.25	7.125	2.000
7.25	10.0	0.300	0.25	7.375	1.200
7.50	10.3	0.200	0.25	7.625	0.800
7.75	10.5	0.100	0.25	7.875	0.400
8.00	10.6				

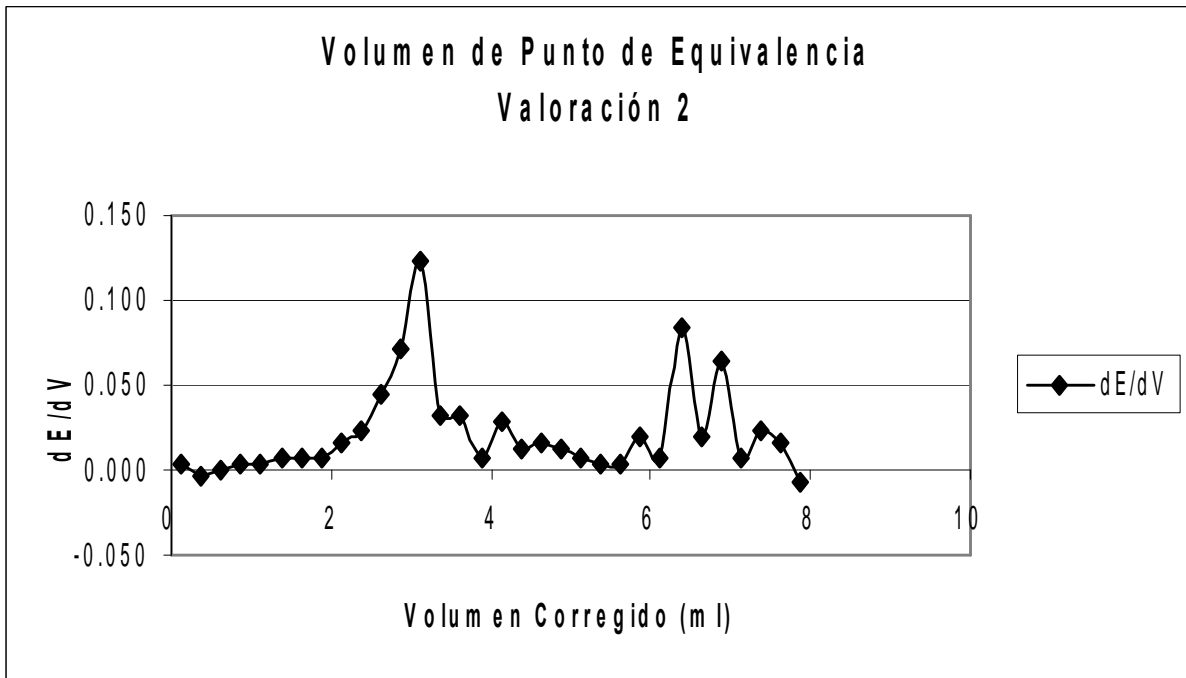
Tabla I. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la Valoración 2.

Volumen	E(mv)	dE	dV	volumen corregido	dE/dV
0.00	0.595	0.001	0.25	0.125	0.004
0.25	0.596	-0.001	0.25	0.375	-0.004
0.50	0.595	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	0.595	0.001	0.25	0.875	0.004
1.00	0.596	0.001	0.25	1.125	0.004
1.25	0.597	0.002	0.25	1.375	0.008
1.50	0.599	0.002	0.25	1.625	0.008
1.75	0.601	0.002	0.25	1.875	0.008
2.00	0.603	0.004	0.25	2.125	0.016
2.25	0.607	0.006	0.25	2.375	0.024
2.50	0.613	0.011	0.25	2.625	0.044
2.75	0.624	0.018	0.25	2.875	0.072
3.00	0.642	0.031	0.25	3.125	0.124
3.25	0.673	0.008	0.25	3.375	0.032
3.50	0.681	0.008	0.25	3.625	0.032
3.75	0.689	0.002	0.25	3.875	0.008
4.00	0.691	0.007	0.25	4.125	0.028
4.25	0.698	0.003	0.25	4.375	0.012
4.50	0.701	0.004	0.25	4.625	0.016
4.75	0.705	0.003	0.25	4.875	0.012
5.00	0.708	0.002	0.25	5.125	0.008
5.25	0.710	0.001	0.25	5.375	0.004
5.50	0.711	0.001	0.25	5.625	0.004
5.75	0.712	0.005	0.25	5.875	0.020
6.00	0.717	0.002	0.25	6.125	0.008
6.25	0.719	0.021	0.25	6.375	0.084
6.50	0.740	0.005	0.25	6.625	0.020
6.75	0.745	0.016	0.25	6.875	0.064
7.00	0.761	0.002	0.25	7.125	0.008
7.25	0.763	0.006	0.25	7.375	0.024
7.50	0.769	0.004	0.25	7.625	0.016
7.75	0.773	-0.002	0.25	7.875	-0.008
8.00	0.771				

Tabla J. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la Valoración 2.



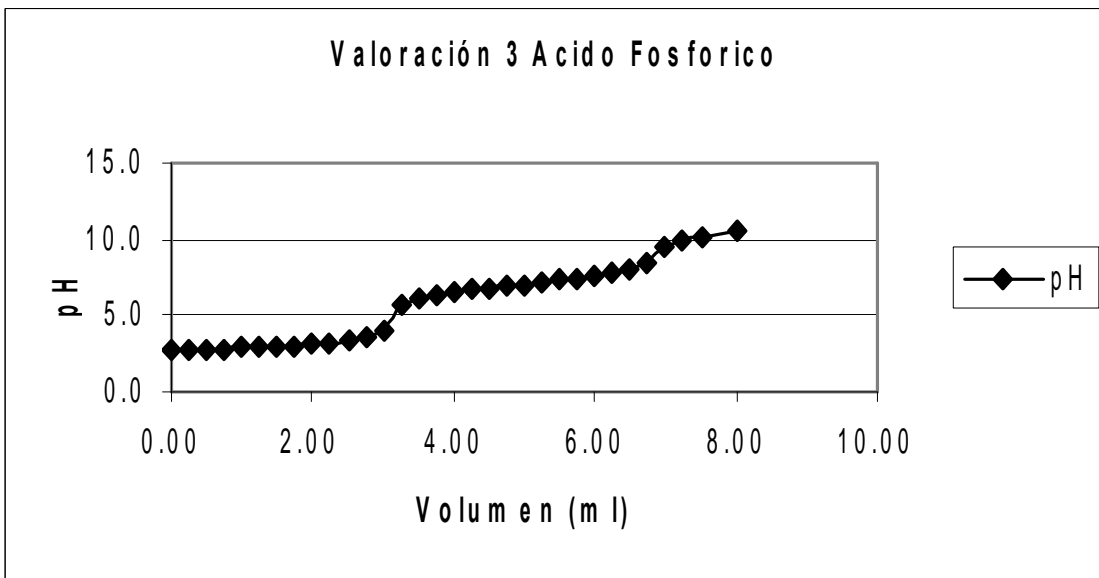
Grafica 39. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 2 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M



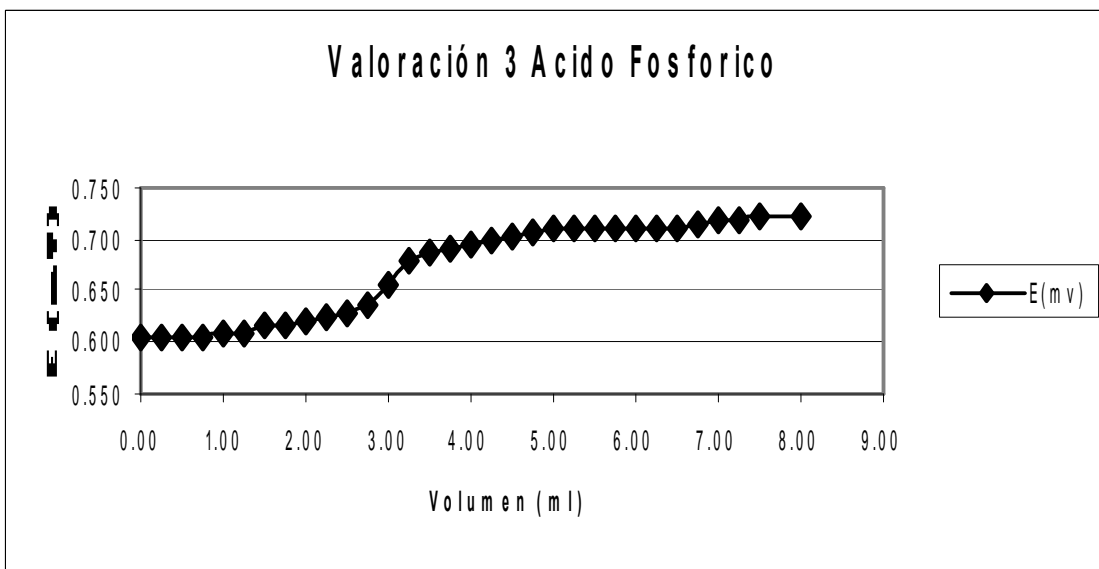
Grafica 40. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 2 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M

volumen	pH	E(mv)
0.00	2.7	0.605
0.25	2.7	0.606
0.50	2.8	0.606
0.75	2.8	0.606
1.00	2.9	0.608
1.25	2.9	0.610
1.50	3.0	0.617
1.75	3.0	0.617
2.00	3.1	0.620
2.25	3.2	0.624
2.50	3.4	0.630
2.75	3.6	0.638
3.00	4.0	0.657
3.25	5.7	0.680
3.50	6.1	0.689
3.75	6.3	0.692
4.00	6.5	0.694
4.25	6.7	0.698
4.50	6.8	0.701
4.75	6.9	0.707
5.00	7.0	0.710
5.25	7.2	0.709
5.50	7.3	0.711
5.75	7.5	0.711
6.00	7.6	0.710
6.25	7.9	0.712
6.50	8.0	0.711
6.75	8.4	0.716
7.00	9.5	0.719
7.25	9.9	0.720
7.50	10.2	0.721
8.00	10.6	0.721

Tabla K. Resultados de Valoración 3.



Grafica 41. Valoración 3 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M.



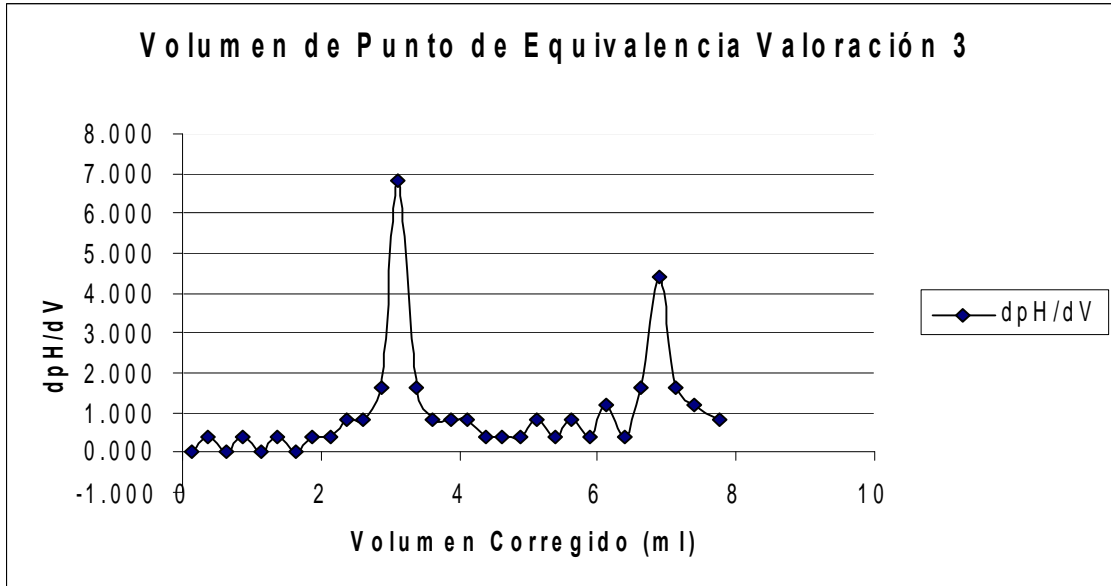
Grafica 42. Valoración 3 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M

Volumen	pH	dpH	dV	volumen corregido	dpH/dV
0.00	2.7	0.000	0.25	0.125	0.000
0.25	2.7	0.100	0.25	0.375	0.400
0.50	2.8	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	2.8	0.100	0.25	0.875	0.400
1.00	2.9	0.000	0.25	1.125	0.000
1.25	2.9	0.100	0.25	1.375	0.400
1.50	3.0	0.000	0.25	1.625	0.000
1.75	3.0	0.100	0.25	1.875	0.400
2.00	3.1	0.100	0.25	2.125	0.400
2.25	3.2	0.200	0.25	2.375	0.800
2.50	3.4	0.200	0.25	2.625	0.800
2.75	3.6	0.400	0.25	2.875	1.600
3.00	4.0	1.700	0.25	3.125	6.800
3.25	5.7	0.400	0.25	3.375	1.600
3.50	6.1	0.200	0.25	3.625	0.800
3.75	6.3	0.200	0.25	3.875	0.800
4.00	6.5	0.200	0.25	4.125	0.800
4.25	6.7	0.100	0.25	4.375	0.400
4.50	6.8	0.100	0.25	4.625	0.400
4.75	6.9	0.100	0.25	4.875	0.400
5.00	7.0	0.200	0.25	5.125	0.800
5.25	7.2	0.100	0.25	5.375	0.400
5.50	7.3	0.200	0.25	5.625	0.800
5.75	7.5	0.100	0.25	5.875	0.400
6.00	7.6	0.300	0.25	6.125	1.200
6.25	7.9	0.100	0.25	6.375	0.400
6.50	8.0	0.400	0.25	6.625	1.600
6.75	8.4	1.100	0.25	6.875	4.400
7.00	9.5	0.400	0.25	7.125	1.600
7.25	9.9	0.300	0.25	7.375	1.200
7.50	10.2	0.400	0.5	7.75	0.8
8.00	10.6				

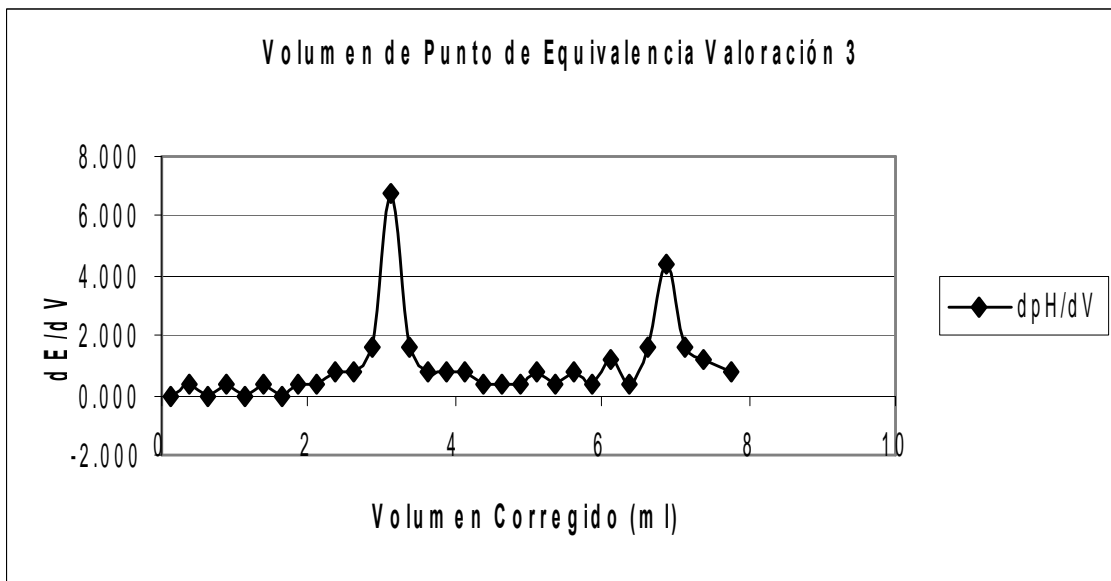
Tabla L. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la Valoración 3.

Volumen	pH	dpH	dV	volumen corregido	dpH/dV
0.00	2.7	0.000	0.25	0.125	0.000
0.25	2.7	0.100	0.25	0.375	0.400
0.50	2.8	0.000	0.25	0.625	0.000
0.75	2.8	0.100	0.25	0.875	0.400
1.00	2.9	0.000	0.25	1.125	0.000
1.25	2.9	0.100	0.25	1.375	0.400
1.50	3.0	0.000	0.25	1.625	0.000
1.75	3.0	0.100	0.25	1.875	0.400
2.00	3.1	0.100	0.25	2.125	0.400
2.25	3.2	0.200	0.25	2.375	0.800
2.50	3.4	0.200	0.25	2.625	0.800
2.75	3.6	0.400	0.25	2.875	1.600
3.00	4.0	1.700	0.25	3.125	6.800
3.25	5.7	0.400	0.25	3.375	1.600
3.50	6.1	0.200	0.25	3.625	0.800
3.75	6.3	0.200	0.25	3.875	0.800
4.00	6.5	0.200	0.25	4.125	0.800
4.25	6.7	0.100	0.25	4.375	0.400
4.50	6.8	0.100	0.25	4.625	0.400
4.75	6.9	0.100	0.25	4.875	0.400
5.00	7.0	0.200	0.25	5.125	0.800
5.25	7.2	0.100	0.25	5.375	0.400
5.50	7.3	0.200	0.25	5.625	0.800
5.75	7.5	0.100	0.25	5.875	0.400
6.00	7.6	0.300	0.25	6.125	1.200
6.25	7.9	0.100	0.25	6.375	0.400
6.50	8.0	0.400	0.25	6.625	1.600
6.75	8.4	1.100	0.25	6.875	4.400
7.00	9.5	0.400	0.25	7.125	1.600
7.25	9.9	0.300	0.25	7.375	1.200
7.50	10.2	0.400	0.5	7.75	0.8
8.00	10.6				

Tabla M. Volumen de punto de equivalencia a partir de la primera derivada para la Valoración 3.



Grafica 43. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 3 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M



Grafica 44. Volumen de punto de equivalencia para la valoración 3 de Ácido Fosfórico 0.0155 M con KOH 0.05 M