



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

**ULTRAMICROVALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL
CON SULFATO CÉRICO AMONICAL**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERA QUÍMICA**

PRESENTA:

MARÍA FERNANDA FRAGOSO ROSAS

ASESOR: Dr. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA

COASESORA: Q. SONIA RINCÓN ARCE

CUAUTILÁN IZCALLI, EDO. DE MÉX. 2013.



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.

**EL PRESENTE TRABAJO LO DEDICO CON MUCHO AFECTO Y CARIÑO A
LOS DOS SERES QUE MÁS ADMIRO, QUIENES ME BRINDARON SU APOYO
PARA VER REALIZADO UNO DE SUS TANTOS DESEO**

**A ELLAS QUE ME IMPULSARON A LLEGAR A ESTA META Y AÚN ASÍ NO
CONFORMARME, SINO LLEGAR MÁS LEJOS:**

MI MADRE, EVANGELINA ROSAS

MI ABUELITA, SOCORRO OROZCO

**A LAS PERSONAS QUE ME HAN BRINDADO SU APOYO, CONSEJOS Y
COMPAÑÍA A LO LARGO DE MI VIDA**

**A MI HERMANO, JOSÉ RAÚL FRAGOSO POR SER UN EJEMPLO TANTO
PROFESIONAL COMO DE VIDA**

**A MI TÍA, SOCORRO EUGENIA ROSAS POR SU ETERNO APOYO Y
CONFIANZA**

**A MIS PRIMAS, PAULINA RUIZ Y ALEJANDRA JUÁREZ POR SUS CONSEJOS
Y SU SINCERIDAD**

A LA ILUSIÓN DE MUCHOS DE NOSOTROS

LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

A MI SEGUNDO HOGAR

LA FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

A LOS MAESTROS QUE NO ESCATIMARON SU TIEMPO PARA TRANSMITIR SUS VALIOSOS CONOCIMIENTOS Y EXPERIENCIA.

A TODAS LAS PERSONAS QUE HAN HECHO INOLVIDABLE MI ESTANCIA EN LA INSTITUCIÓN.

A MIS ASESORES Y AMIGOS:

DR. JOSE DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA, POR SU CONFIANZA Y CAPACIDAD PARA GUIAR, NO SÓLO COMO ASESOR SINO TAMBIÉN COMO AMIGO.

Q. SONIA RINCÓN ARCE, POR SU DISPONIBILIDAD Y PACIENCIA, QUE ME AYUDÓ CRECER A NIVEL PROFESIONAL Y PERSONAL.

AL SR. DRAUSÍ JÍMENEZ CELÍ, RESPONSABLE DEL TALLER DE VIDRIO DE LA FES-C CAMPO 1, POR EL APOYO BRINDADO EN EL ABASTECIMIENTO DEL MATERIAL REQUERIDO PARA LA REALIZACIÓN DE ESTA TESIS.

AL PROYECTO PAPIME PE201214, DIRIGIDO POR EL DOCTOR JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA POR TODO EL APOYO MATERIAL BRINDADO.

Contenido

RESUMEN	1
INTRODUCCIÓN	1
ANTECEDENTES	2
OBJETIVOS	3
OBJETIVO GENERAL.....	3
OBJETIVOS PARTICULARES	3
HIPÓTESIS.....	4
DESARROLLO EXPERIMENTAL	4
MATERIAL Y EQUIPO	4
REACTIVOS	6
METODOLOGÍA.....	7
MICROVALORACIONES REDOX.....	7
ULTRAMICROVALORACIONES REDOX	8
RESULTADOS	10
RESULTADOS DE LAS MICROVALORACIONES REDOX	10
RESULTADOS DE LAS ULTRAMICROVALORACIONES REDOX.....	12
ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	16
PRUEBA DE LA HIPÓTESIS NULA.....	16
CONCLUSIONES	21
ANEXOS	23
CÁLCULO DE PREPARACIÓN DE SOLUCIONES.....	23
CÁLCULO DE LA ESTANDARIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES.....	24
TABLAS	28
GRÁFICAS.....	38
IMÁGENES	52
IMGENES COMPARATIVAS	53
BIBLIOGRAFÍA.....	55

RESUMEN

En el presente trabajo, se exponen los resultados experimentales de la ultramicrotitulación de una reacción oxidorreducción (valoración de Fe_{II} con Ce_{IV} , en medio ácido sulfúrico). Para desarrollar este trabajo se utilizó un electrodo indicador de oxidorreducción; el cual es fabricado con alambre de platino (con un diseño que permitió valorar alícuotas de hasta 100 microlitros).

Como electrodo de referencia se utilizó un electrodo convencional de plata/cloruro de plata, que por su tamaño hizo necesaria una segunda celda unida al sistema de medida mediante un puente salino agar-agar; volúmenes de 2 microlitros se adicionaron mediante una microbureta con una punta de 200 microlitros.

El sulfato ferroso amoniacal, es valorado con sulfato cerico amoniacal 0.01 M; la metodología propuesta es de gran ayuda debido a la disminución de residuos en laboratorios de docencia; en los cuales se generan grandes cantidades de residuos debido a los volúmenes que se emplea en titulaciones actualmente. Los resultados son estudiados estadísticamente para evaluar que tan confiable es este método sobre el convencional.

INTRODUCCIÓN

Actualmente todo profesionalista tiene un compromiso con la sociedad; este compromiso debe favorecer la reducción de los efectos nocivos para los seres vivos y el planeta. En nuestro caso, los futuros profesionistas del área de química deben conocer e implementar diversas acciones a efectuar así como medidas que tomar, una de ellas, evitar arrojar contaminantes químicos al ambiente producto de las cuantificaciones que se realizan en laboratorios.

Por esta razón existe la necesidad de generar el mínimo de desechos en los laboratorios, por consiguiente se ha decidido utilizar las ultramicrovaloraciones de oxidoreducción que minimizan la producción de residuos químicos.

Para alcanzar este objetivo, se diseñan microelectrodos, que funcionan igual que los electrodos comerciales, pero que tienen diversas ventajas como son:

- a. La elaboración artesanal en el mismo laboratorio.
- b. Alta resistencia al impacto (golpes).
- c. Bajo costo.
- d. Tamaño apropiado que permite realizar valoraciones de alícuotas de hasta 100 μ L con un volumen de hasta 150 μ L.

La aplicación de las ultramicrovaloraciones en la docencia, permitirá provocar en el estudiante una ideología de ahorro y un conocimiento del impacto que provoca el uso de grandes cantidades de reactivos liberados al ambiente, así mismo su aplicación en la industria permitiría ahorrar costos en reactivos, agua destilada y potable, así como tiempo y dinero.

ANTECEDENTES

En el año 2003, en la sección de Química Analítica de las FES-Cuautitlán, se implementó la metodología para micro valoraciones potenciométricas en el artículo publicado el mismo año (Potenciómetro con Volúmenes a nivel micro escala en educación)¹ con la finalidad de reducir costos y desechos en los laboratorios, inicialmente las actividades se desarrollaron con un grupo piloto que hoy en día es una parte formal de la enseñanza en dichos laboratorios.

En el presente trabajo se retoman las micro valoraciones potenciométricas para sistemas de oxido-reducción y se hace una comparación estadística de los resultados obtenidos con ultramicrovaloración utilizando como electrodo indicador un alambre de platino, el cual proporciona resultados equivalentes a los obtenidos empleando el electrodo combinado de platino, teniendo además la ventaja de disminuir los costos de la instrumentación sin perder información, dado que el volumen utilizado en una micro valoración es mucho más elevado que el utilizado en una ultramicrovaloración.

¹ Sonia Rincón Arce y José de Jesús Pérez Saavedra, "Potenciometría con volúmenes a microescala en educación", Revista Educación Química, Segunda Época, 14 (3), pp. 148-151.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Demostrar de forma experimental que la ultramicrovaloración de 0.1ml de sulfato ferroso amoniacal con sulfato cérico amoniacal, utilizando una microbureta, es equivalente a la valoración convencional, con la finalidad de minimizar costos y residuos, mediante el cálculo de parámetros estadísticos.

OBJETIVOS PARTICULARES

- a. Realizar ultramicrovaloraciones potenciométricas mediante un montaje experimental adecuado, para compararlas con las valoraciones convencionales.

- b. Demostrar estadísticamente (mediante una prueba de hipótesis) que las ultramicrovaloraciones son equivalentes a las valoraciones convencionales, para poder aplicarlas en los programas de laboratorios de docencia.

HIPÓTESIS

Es posible generar un sistema de medición potenciométrica de bajo costo, que permita sustituir las metodologías clásicas de cuantificación analítica por métodos alternativos con los cuales se obtengan otras ventajas.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL Y EQUIPO

MATERIAL Y EQUIPO EMPLEADOS EN LA TÉCNICA DE MICROVALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA

- 1 soporte universal
- 1 soporte para electrodo
- 1 bureta graduada de 10 mL Pyrex
- 1 copa tequilera
- 1 agitador magnético
- 1 pizeta
- 1 barra magnética de 8 mm
- 1 electrodo de platino combinado
- 1 vaso de precipitados de 150 mL Kimax
- 1 pinzas de nuez
- 1 pinzas de tres dedos
- 1 potenciómetro Oakton
- 1 pipeta volumétrica de 5 mL Pyrex

MATERIAL Y EQUIPO EMPLEADOS EN LA TÉCNICA DE ULTRAMICROVALORACIÓN POTENCIOMÉTRICA

- 1 soporte universal
- 1 micro bureta Eppendorf multipette plus
- 1 microtubo de ensayo
- 1 agitador magnético
- 1 pizeta
- 1 barra magnética (5mm)
- 1 puente de agar
- 1 alambre de platino
- 1 electrodo de calomel Corning
- 2 pinzas de nuez
- 2 pinzas de tres dedos
- 1 potenciómetro Oakton
- 1 cable coaxial adaptado con caimanes
- 1 combitip plus Eppendorf de 5 ml tolerancia $\pm 4.5\mu\text{L}$
- 1 combitip plus Eppendorf de 200 μl tolerancia $\pm 0.18\mu\text{L}$

REACTIVOS

a. Sulfato ferroso amoniacal $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ MERCK

PM=392.158 g/mol

Pureza =99.44%

b. Sulfato cérico amoniacal $(\text{NH}_4)_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ MERCK

PM= 632.55 g/mol

Pureza = 94%

c. Ácido Sulfúrico H_2SO_4 MERCK

PM = 98.08g/mol

Pureza = 97%

d. Dicromato de Potasio $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ MERCK

PM = 294.18 g/mol

Pureza = 100%

METODOLOGÍA

ESTANDARIZACIÓN DE SULFATO FERROSO

Los reactivos utilizados fueron grado analítico y estandarizado de acuerdo a la literatura. Se utilizó un electrodo de platino marca HANNA; y se tomó con una pipeta marca pyrex, cinco alícuotas de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal, preparado en H_2SO_4 al 5 %², se titularon con dicromato de potasio, que fue utilizado como estándar primario (agregando 0.4903g de sal pura de dicromato de potasio, en 100 mL de agua destilada para obtener una concentración de 0.1N).

MICROVALORACIONES REDOX

El esquema del equipo experimental utilizado se presenta en la Figura 1, para las valoraciones de volúmenes de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal, se utilizó una bureta de 10 mL con sulfato cérico amoniacal, con una graduación mínima de 0.1 mL, las valoraciones se realizaron de manera convencional.

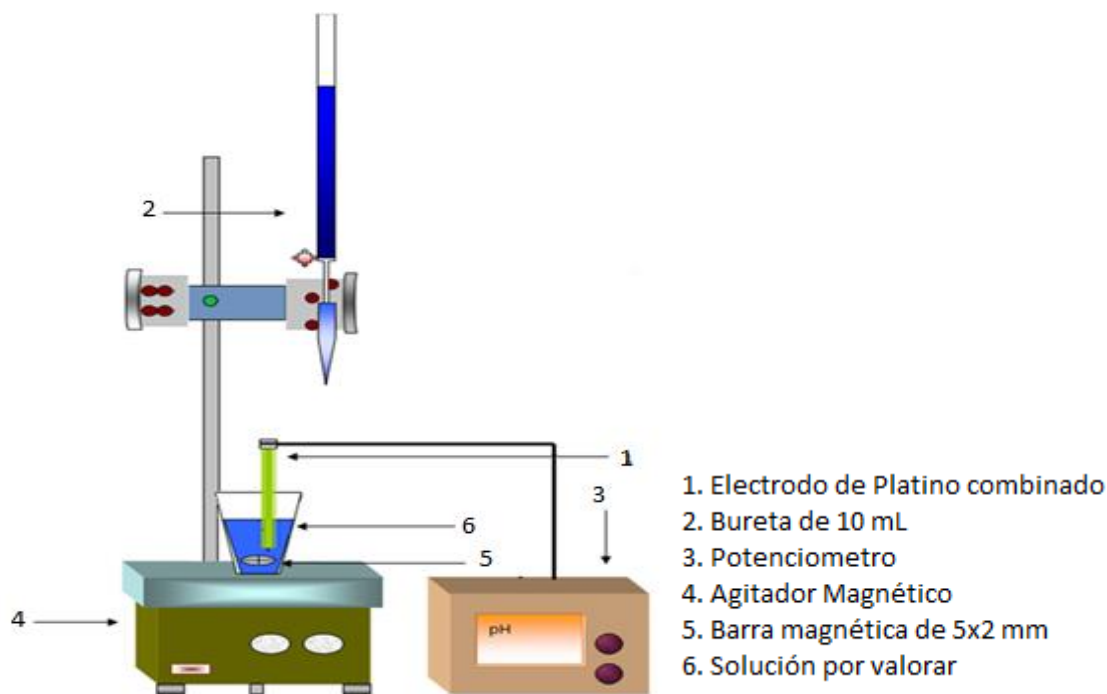


Figura 1. Montaje experimental utilizado en las microvaloraciones potenciométricas (con copa tequilera)

² Harris C. Daniel, *Análisis Químico Cuantitativo*, España, Editorial Reverté, 2001, pp 495-497.

Los datos obtenidos se procesaron usando Excel, con dicha paquetería se obtuvieron las gráficas correspondientes de potencial (mV) contra volumen agregado de valorante. Con el mismo programa se procesó la información para obtener los datos y las gráficas correspondientes a la primera derivada del potencial contra el volumen ajustado, lo cual permitió determinar analíticamente el volumen de punto de equivalencia para cada valoración de sulfato cérico.

ULTRAMICROVALORACIONES REDOX

Como electrodo indicador se usó un alambre de platino calibre 24 y 5 cm. de longitud, como electrodo de referencia un electrodo de calomel y un potenciómetro. Se tomaron, con la bureta Eppendorf (utilizada como una micropipeta), treinta alícuotas de 0.1 mL de sulfato ferroso amoniacal, se titularon con sulfato cérico amoniacal.

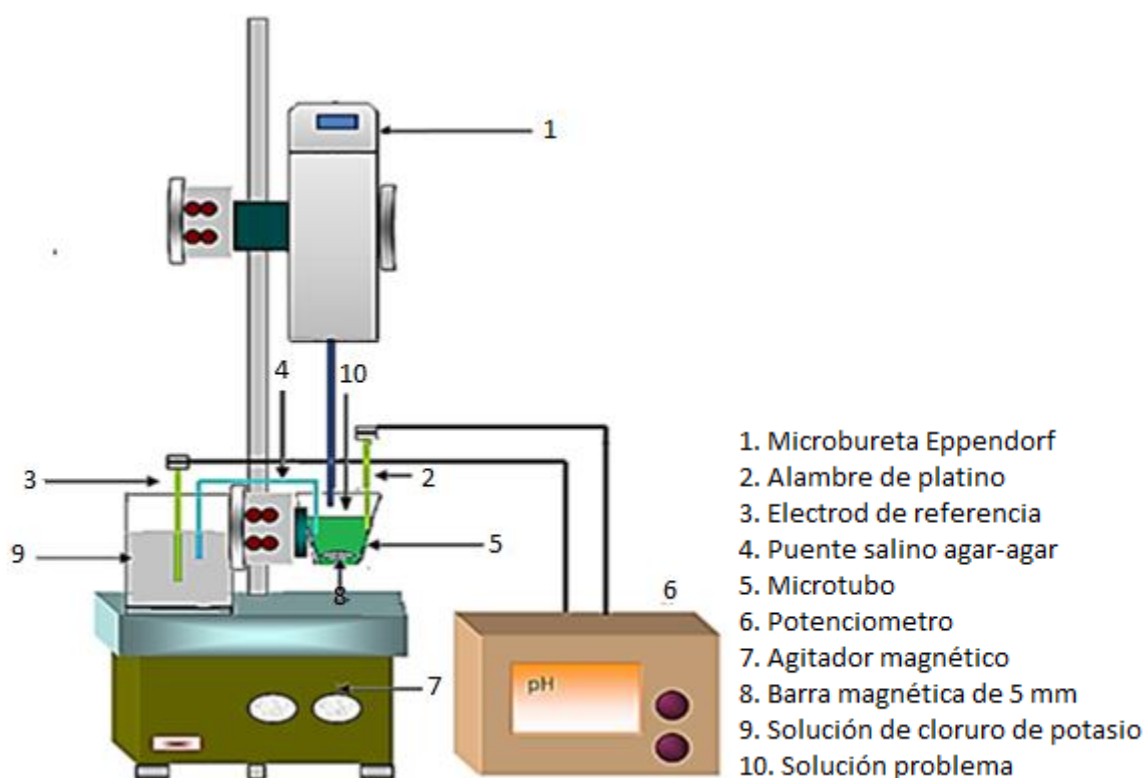


Figura 2. Montaje experimental utilizado en las ultramicrovaloraciones potenciométricas.



Figura 3. Celda utilizada en las ultramicrovaloraciones potenciométricas.

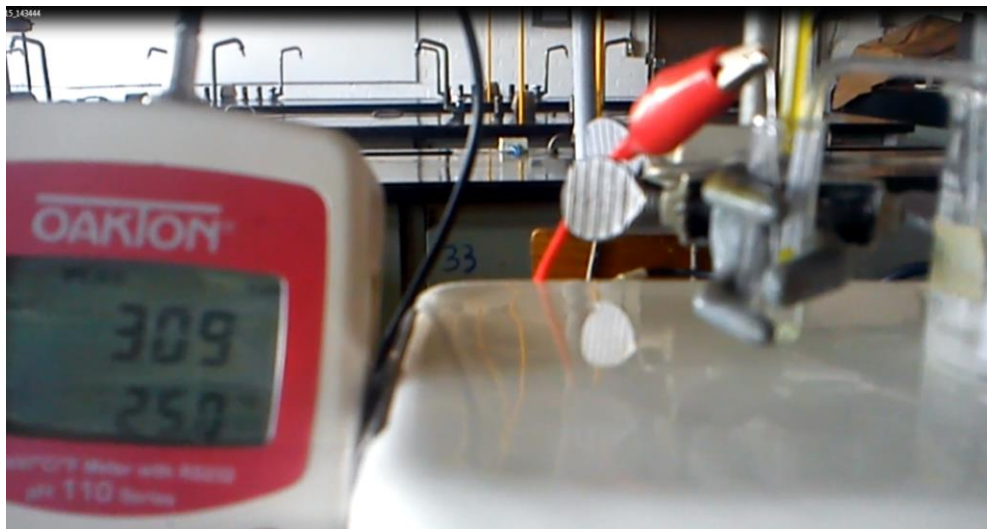


Figura 4. Conexión de la celda utilizada en las ultramicrovaloraciones potenciométricas a un multímetro.

Los datos obtenidos se procesaron usando Excel, donde se obtuvieron las gráficas correspondientes de potencial (mV) contra volumen agregado de valorante. Con el mismo programa se procesó la información para obtener los datos y las gráficas correspondientes a la primera derivada del potencial contra el volumen ajustado, lo cual permitió determinar analíticamente el volumen de punto de equivalencia para cada valoración de sulfato ferroso amoniacal.

RESULTADOS

RESULTADOS DE LAS MICROVALORACIONES REDOX

En la Figura A se muestra la gráfica experimental representativa de la curva de valoración obtenida de 10 valoraciones de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.095 N) estandarizado con, sulfato cérico amoniacal (0.099 N):

A. CURVA DE VALORACIÓN

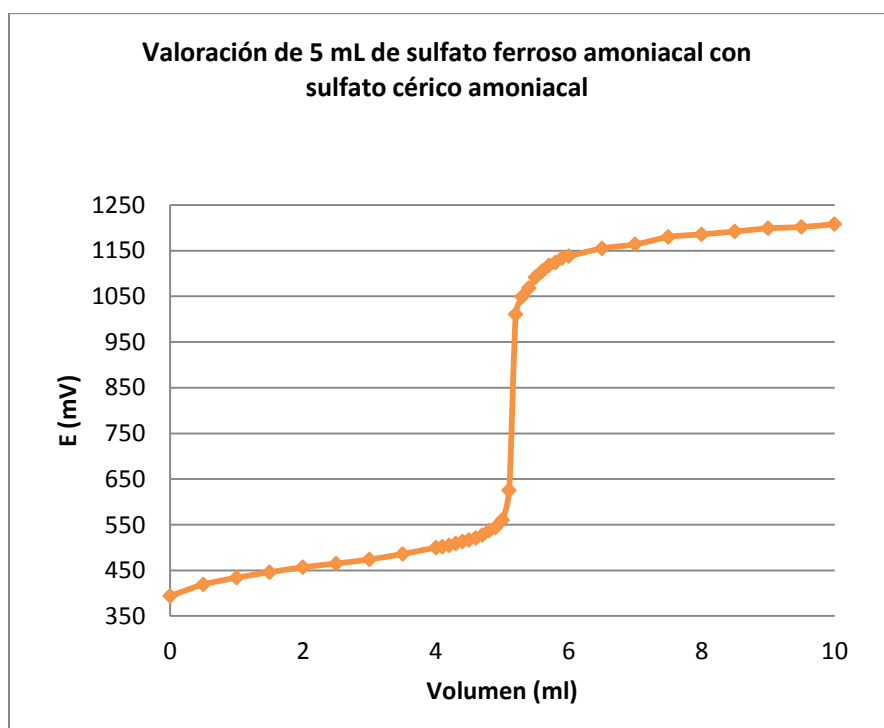


Figura A. Valoración de 5 ml de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado (0.095N) con sulfato cérico amoniacal pentahidratado (0.099N), con un electrodo combinado.

Los resultados de potencial (E) están referenciados a un electrodo de calomel saturado.

En la Figura B se muestra la gráfica experimental representativa de la primera derivada obtenida de 10 valoraciones de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.095 N) estandarizado con, sulfato cérico amoniacal (0.099 N):

B. 1ª DERIVADA

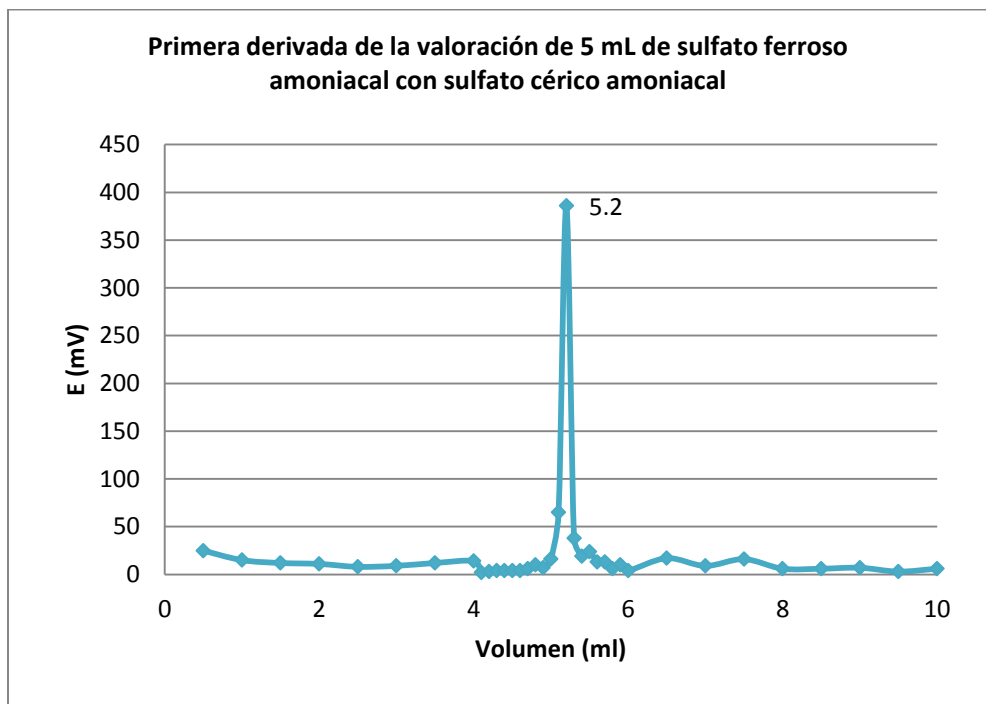


Figura B. Primera derivada de la valoración de 5 ml de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado (0.095N) con sulfato cérico amoniacal pentahidratado (0.099N), con un electrodo combinado.

RESULTADOS DE LAS ULTRAMICROVALORACIONES REDOX

En la Figuras C se muestra la gráfica experimental representativa de la curva de valoración obtenida de 30 valoraciones de 0.1 mL sulfato ferroso amoniacal (0.095 N) estandarizado con, sulfato cérico amoniacal (0.099 N)

C. CURVA DE VALORACIÓN

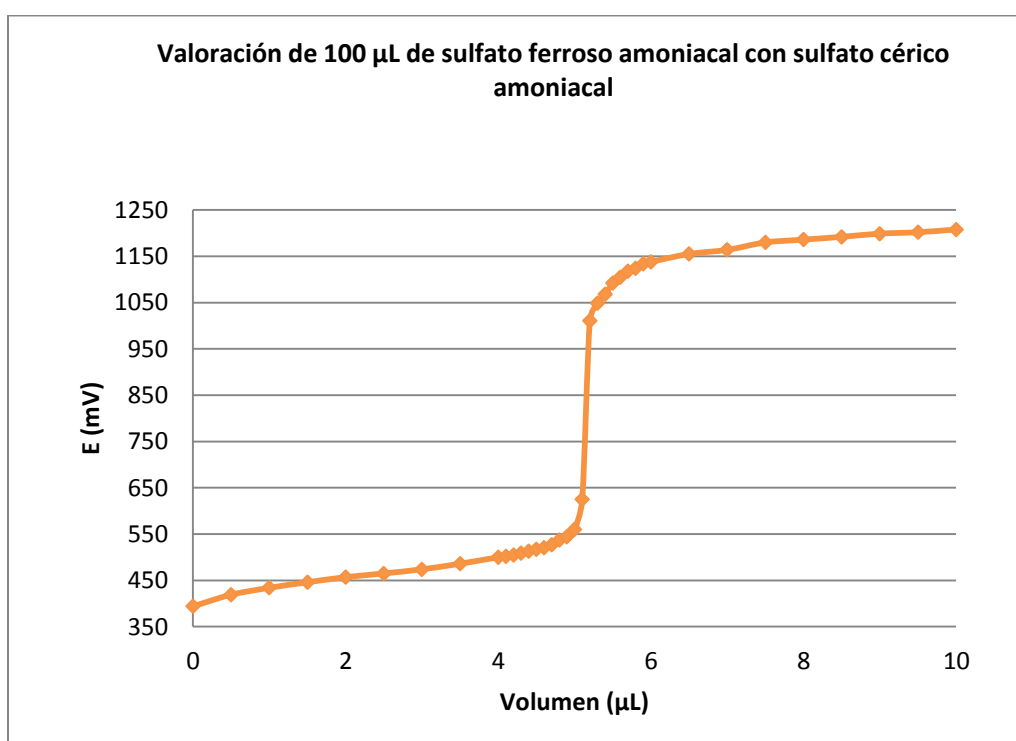


Figura C. Valoración de 100 μL de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado (0.095N) con sulfato cérico amoniacal pentahidratado (0.099N), con un electrodo combinado.

En la Figuras D se muestra la gráfica experimental representativa de la primera derivada obtenida de 30 valoraciones de 0.1 mL sulfato ferroso amoniacal (0.095 N) estandarizado con sulfato cérico amoniacal (0.099 N):

D. 1ª DERIVADA

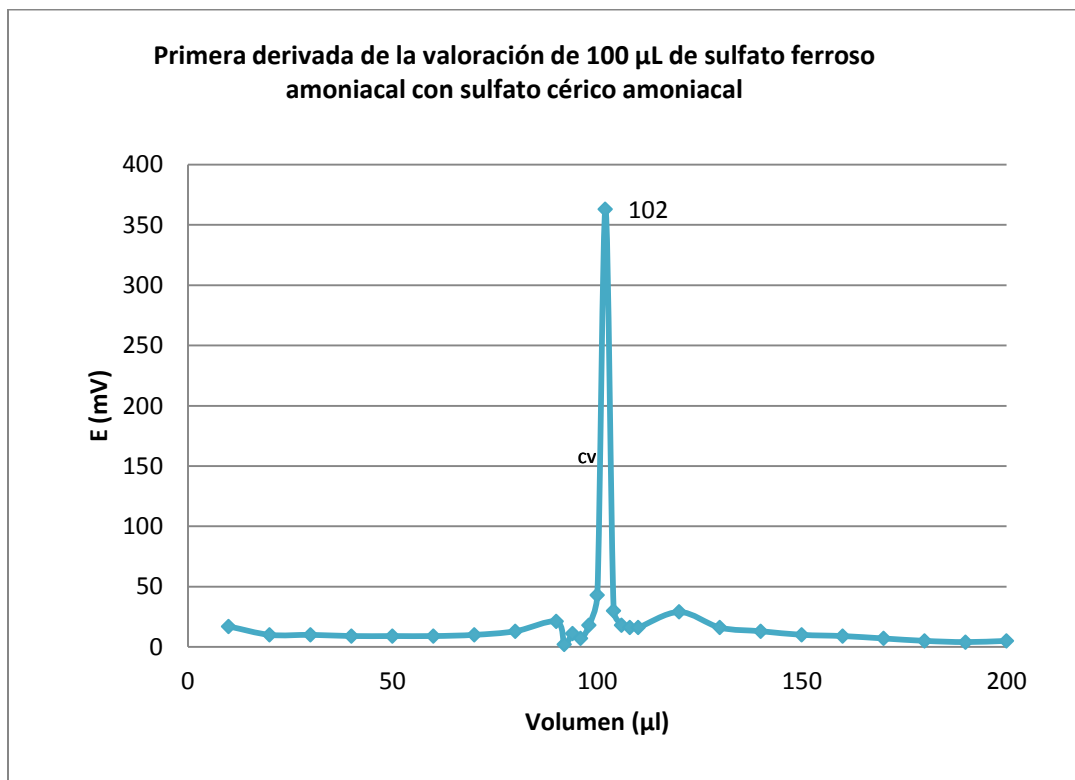
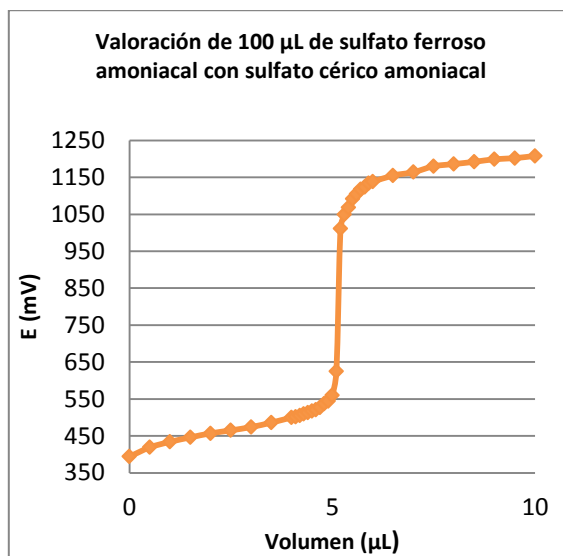
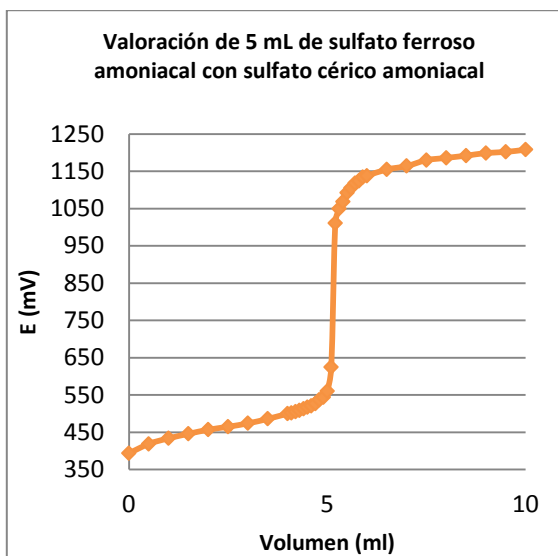
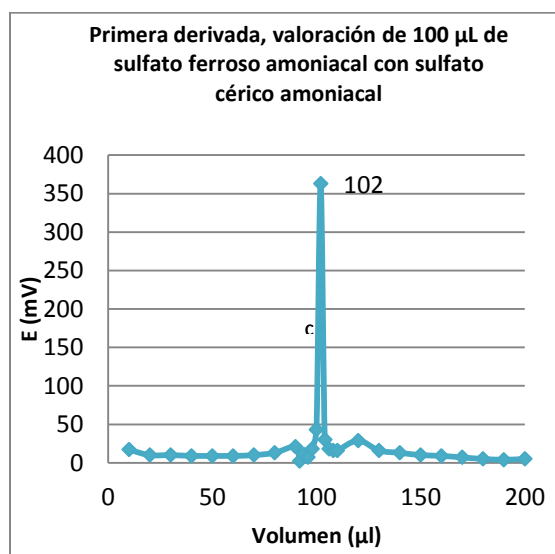
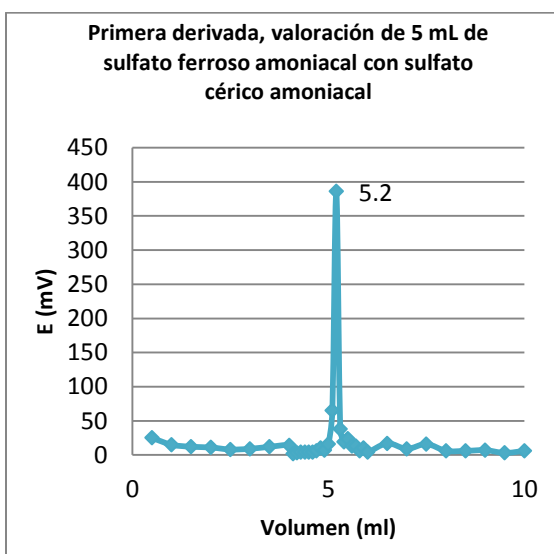


Figura D. Primera derivada de la valoración de 100 µl de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado (0.095N) con sulfato cérico amoniacal pentahidratado (0.099N), con un electrodo combinado.

Comparando las gráficas experimentales presentadas en las **Figuras A y C** (curva de valoración para 5 mL y 100 μ L).



Comparando las **Figuras B y D** (primera derivada para 5 mL y 100 μ L), podemos observar que geoméricamente son equivalentes.



En la Tabla 1 se presentan los volúmenes de punto de equivalencia obtenidos para las valoraciones de 0.1 ml y 5 ml de sulfato ferroso amoniacal para cada agente oxidante.

Tabla 1. Volumen de punto de equivalencia promedio para microvaloraciones y ultramicrovaloraciones.

	Microvaloración	Ultramicrovaloración
Volumen de la alícuota $(\text{NH}_4)_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.102 mL	5.10 mL
Volumen de punto de equivalencia $\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.102 mL	5.10 mL

Por último en las tabla 2 se presentan los resultados de las valoraciones de 0.1 mL y 5 mL de sulfato ferroso amoniacal con cada sistema oxidante contra los miligramos esperados así como su error porcentual con el objetivo de hacer un comparativo entre ambos métodos.

Tabla 2. Resultados de los miligramos recuperados de las valoraciones de 5 mL y 0.1 mL de sulfato ferroso amoniacal 0.096 N con cada sistema oxidante contra los miligramos esperados y su error porcentual.

		1	2	3	4	5	6	7	8
Valoración	VPE Obtenido (mL)	Normalidad Experimental Obtenida $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado (mL)	Milimoles Experimentales Obtenidos (1x2)	Milimoles Teóricos (0.1 x 0.1)	mg Esperados (4x5)	mg Esperados (4x5)	mg Obtenidos (3x5)	% de Error
Microvaloración	5.1	0.099	5.0	0.495	0.5	392.14	196.07	194.10	1.0
Ultramicrovaloración	0.102	0.099	0.1	0.0099	0.01	392.14	3.9214	3.88	1.002

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Una forma sencilla de demostrar que el método de la ultramicrovaloración es igualmente de válido como el método de la microvaloración, es realizando una sencilla ecuación

$$\frac{\text{Alicuota}}{\text{Volumen de punto de equivalencia}}$$

Microvaloración

$$\frac{5ml}{5.01 ml} = 0.998$$

Ultramicrovaloración

$$\frac{100 \mu l}{102 \mu l} = 0.983$$

Podemos observar que los valores obtenidos son semejantes, con lo que decimos que los métodos son semejantes; para hacer un comparativo aprobado a continuación realizamos la prueba de hipótesis.

PRUEBA DE LA HIPÓTESIS NULA

Para verificar que el método de ultramicrovaloración sea tan válido como el de microvaloración, los resultados obtenidos se sometieron a un análisis estadístico de “Prueba de Hipótesis”, en la cual se plantean dos opciones, la hipótesis nula (H_0) y la hipótesis alternativa (H_A). La hipótesis nula será aceptada o rechazada partiendo de los valores de los parámetros de “t de Student” y los grados de libertad. La hipótesis es:

$$H_0: M_{\text{Micro.}} = M_{\text{Ultramicro.}}$$

$$H_A : M_{\text{Micro.}} \neq M_{\text{Ultramicro.}}$$

Donde M son los miligramos recuperados.

Debido al planteamiento anterior, la zona crítica o de rechazo se encuentran en la zona superior e inferior de la distribución del estadístico de prueba. De manera gráfica, se representa como sigue:

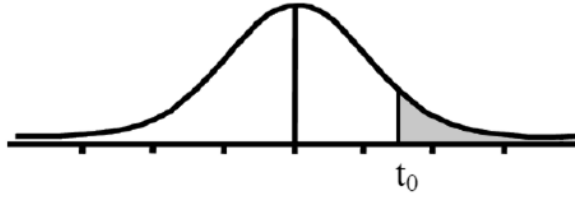


Figura 4. Representación de la distribución “t” de Student

Es decir, todos los valores que caigan en el intervalo marcado como $-t/2, t/2$, números mayores o iguales al valor “t” de tablas serán rechazados, números menores e iguales al valor “-t” de tablas serán rechazados, por lo tanto H_0 no se acepta. De lo contrario, todos los valores que estén dentro del intervalo menor a $t/2$ y mayor a $-t/2$ se aceptan, significa que H_0 es aceptada. Es importante señalar que la prueba de Hipótesis nula se plantea con un 98% de confianza.

A continuación se presentan las ecuaciones empleadas para calcular el valor de “t” y los grados de libertad.

Calculo de “t”

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}$$

Donde:

\bar{x}_1 y \bar{x}_2 = son las medidas poblacionales (ultramicrovaloraciones y microvaloraciones).

S_1 y S_2 = son las desviaciones estándar, respectivamente.

n_1 y n_2 =es el número de muestras, respectivamente.

Cálculo de grados de libertad

$$g. l. = \left\{ \frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2} \right)^2}{\frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1} \right)^2}{n_1+1} + \frac{\left(\frac{S_2^2}{n_2} \right)^2}{n_2+1}} \right\} - 2$$

Donde:

S_1 y S_2 : son las desviaciones estándar de ultramicrovaloraciones y microvaloraciones, respectivamente.

Una vez planteadas las ecuaciones se obtuvo lo siguiente:

El volumen ajustado es el resultado de al volumen de punto de equivalencia de una ultramicrovaloración (100 μ L) por 50 y con esto lograr que el volumen sea comparable con volúmenes de punto de equivalencia de microvaloraciones de 5 mL.

Darí el mismo resultado si a los volúmenes de punto de equivalencia de las microvaloraciones (5 mL) se dividen entre 50 y con esto hacer comparable los volúmenes con los de las ultramicrovaloraciones.

Tabla 3. Resultados de 30 ultramicrovaloraciones.

Tabla de resultados para 0.1ml		
Evento	VPE	Volumen ajustado (VPEX50)
1	0.102	5.1
2	0.104	5.2
3	0.100	5
4	0.100	5
5	0.100	5
6	0.102	5.1
7	0.104	5.2
8	0.104	5.2
9	0.102	5.1
10	0.102	5.1
11	0.102	5.1
12	0.100	5
13	0.100	5
14	0.104	5.2
15	0.098	4.9
16	0.102	5.1
17	0.102	5.1
18	0.102	5.1
19	0.106	5.3
20	0.102	5.1
21	0.102	5.1
22	0.100	5
23	0.102	5.1
24	0.106	5.3
25	0.106	5.3
26	0.104	5.2
27	0.102	5.1
28	0.104	5.2
29	0.106	5.3
30	0.106	5.3

Tabla 4. Resultados de 10 microvaloraciones

Tabla de resultados para 5ml	
Evento	VPE
1	5.2
2	5.2
3	5.2
4	5.2
5	5.3
6	5.2
7	5.2
8	5.2
9	5.2
10	5.2

Tabla 5. Resultados del promedio y la desviación estándar para 30 ultramicrovaloraciones y 10 microvaloraciones.

EVENTO	PROMEDIO	DESVIACIÓN STD.
Microvaloración 5mL	5.21	0.03162
Ultramicrovaloración 0.1MI	5.127	0.10806

Tabla 6. Resultado de la “t” de Student calculada

T cal.	2.5460973
T tabla	2.7079

Como se muestra en la Tabla 6, “t” calculada es menor que la “t” de tablas (al 95% de confianza) por lo cual H_0 no se rechaza:

Es decir que en la valoración de sulfato ferroso amoniacal con sulfato cérico amoniacal, el método de la ultramicrovaloración, es igual al método de microvaloración.

Es decir que en la valoración de sulfato ferroso amoniacal con sulfato cérico amoniacal, en el método de la ultramicrovaloración no tiene una diferencia significativa con el método de microvaloración.

CONCLUSIONES

Se logró la realización de ultramicrovaloraciones redox como se puede observar en las tablas 3 y 4, las cuales $H_0 = H_A$ de acuerdo a la prueba de “t” de Student.

Para este método se utilizó en vez del electrodo de platino convencional un alambre de platino calibre 24 de 5 cm. Esto nos brinda distintas ventajas entre las cuales destaca la disminución de la generación de residuos químicos, así mismo la reducción de costos ya que el electrodo de platino convencional es más costoso que un alambre de platino y la disminución de la toxicidad para el experimentador debido a la minimización de reactivos empleados.

Se logró elaborar un microelectrodo de platino con un diseño tal que permitió la ultramicrovaloración de una alícuota de 0.1 mL.

Esta metodología comparada estadísticamente mediante la prueba de “t” de Student mostro que no hay diferencia significativa entre ambos métodos con un nivel de confianza del 95%. Esta metodología permite un ahorro sustancial en reactivos, agua y minimiza los desechos producidos, aspecto que se hace relevante puesto que se disminuyen de manera muy significativa, tanto los costos de los insumos como los posibles costos del tratamiento de los residuos generados; esto es significativo considerando que en promedio en la sección de Química Analítica, se tienen 250 equipos por semestre; por lo cual el número de valoraciones debe multiplicarse por esta cantidad.

Por ejemplo, una sola cuantificación de 10 mL el volumen generado solo de la alícuota son 2.5 L

$$10 \text{ mL} \times 250 \text{ valoraciones} = 2,500 \text{ mL} = 2.5 \text{ L}$$

Para la misma situación con la ultramicrovaloración, se utilizaran 25 mL

$$0.1 \text{ mL} \times 250 \text{ valoraciones} = 25 \text{ mL}$$



Figura 7. Comparativo del volumen de valoración.

ANEXOS

PREPARACIÓN DEL PUENTE SALINO AGAR-AGAR

El puente salino de agar-agar se preparó poniendo a ebullición en un vaso de precipitados de 100ml, 25 ml de nitrato de potasio 0.1N y agregando 0.25 gr de agar-agar luego un tubo en U y se llena con la solución antes que esta se enfríe; ya cuando el agar-agar se solidifica, se utiliza el tubo como puente salino.

CÁLCULO DE PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

1. Dicromato de potasio

Para preparar una solución decinormal se pulveriza aproximadamente 0.4903gr de Dicromato de Potasio y se pone en un vidrio de reloj, el cual se lleva a la estufa, donde se deja durante 2 horas a 60° C. después de ese tiempo, se deja enfriar en un desecador.

Para una solución exactamente decinormal son necesarios 0.4903 gr de Dicromato de Potasio por cada 100 mL de solución; no es indispensable pesar esa cantidad, ya que de la cantidad pesada puede deducirse la normalidad. Sin embargo se recomienda preparar la solución pesando con máxima exactitud la cantidad citada y disolver hasta completar con agua hasta completar a 100 mL.

2. Sulfato Ferroso amoniacal

Se preparó una solución de Sulfato Ferroso Amoniacal de una concentración 0.1 N en 100 mL de solución, acorde al siguiente cálculo

$$\begin{aligned} \text{gr FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 0.1\text{L} \left| \frac{0.1 \text{ Eq.}}{\text{L}} \right| \left| \frac{1 \text{ mol}}{1 \text{ Eq.}} \right| \left| \frac{392.158\text{g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g RA}}{99.44 \text{ g}} \right| \\ &= 3.943664 \text{ gr} \end{aligned}$$

Nota: Se agregaron 5 mL. de Ácido Sulfúrico a 95 ml de solución ya que esta es al 5% en medio ácido.

3. Sulfato Cérico amoniacal

Se preparó una solución de Sulfato Ferroso Amoniacal de una concentración 0.1 N en 100 mL de solución, acorde al siguiente cálculo

$$\begin{aligned} \text{gr } (\text{NH}_4)_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 0.1\text{L} \left| \frac{0.1 \text{ Eq.}}{\text{L}} \right| \left| \frac{1 \text{ mol}}{1 \text{ Eq.}} \right| \left| \frac{632.55\text{g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g RA}}{94 \text{ g}} \right| \\ &= 6.729255\text{gr} \end{aligned}$$

Nota: Se agregaron 5 mL. de Ácido Sulfúrico a 95 ml de solución ya que esta es al 5% en medio ácido.

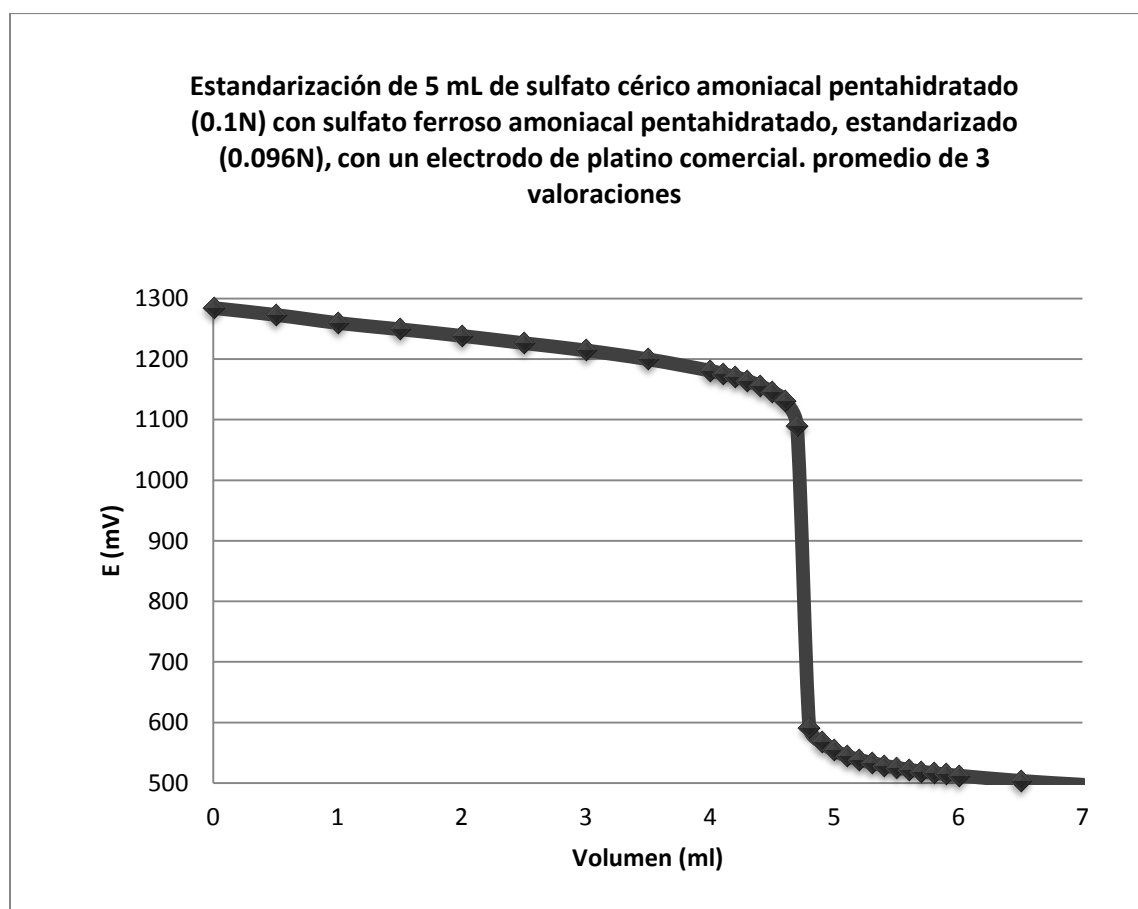
CÁLCULO DE LA ESTANDARIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES

4. Sulfato Cérico Amoniacal

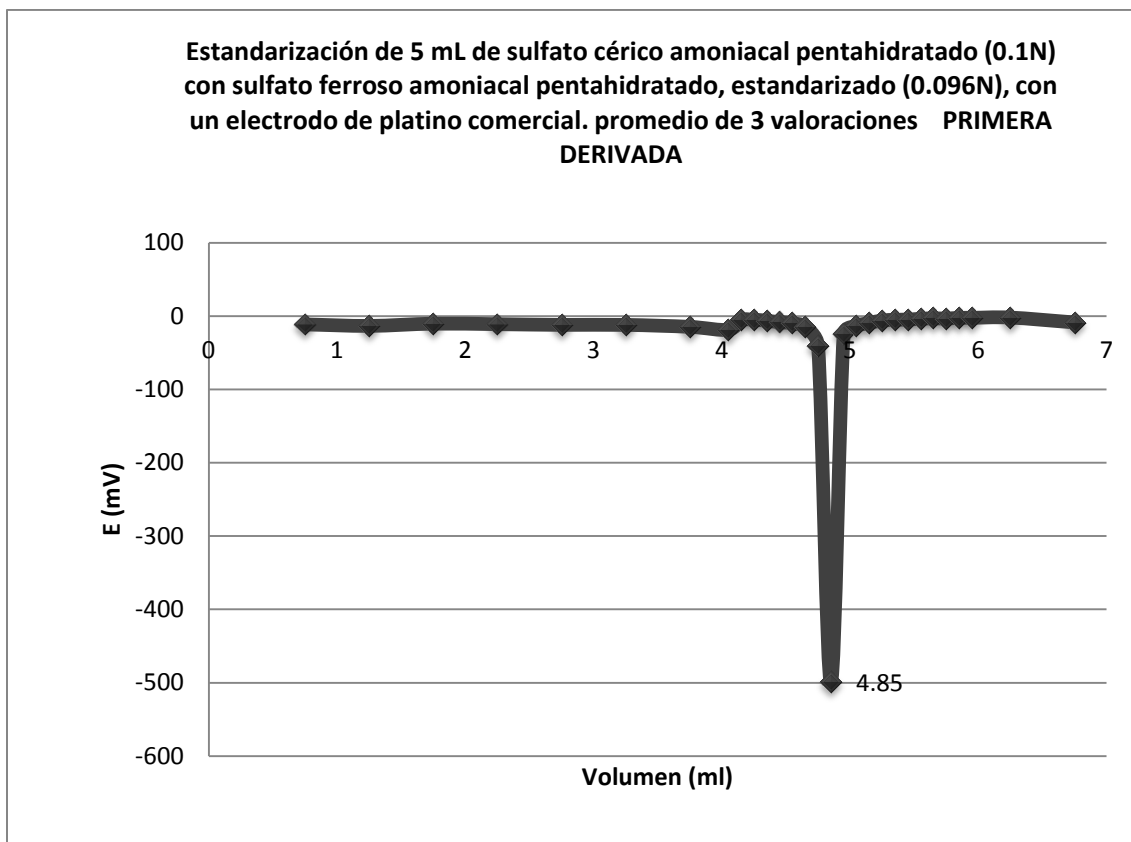
Estandarización de 5 mL de sulfato cérico amoniacal pentahidratado (0.1N) con sulfato ferroso amoniacal pentahidratado, estandarizado (0.096N), con un electrodo de platino comercial. (9/III/2012MF)

Las siguientes gráficas se realizaron calculando el promedio de 3 valoraciones a las mismas condiciones de temperatura y presión.

Gráfica 1. Curva de valoración



Gráfica 2. Primera derivada



Obteniendo el promedio de los volúmenes de punto de equivalencia de la primera y segunda:

$$(4.85+4.8)/2=4.82 \text{ ml}$$

Sabiendo el volumen de punto de equivalencia, calculamos la concentración real del sulfato cérico amoniacal pentahidratado.

$$V_1N_1=V_2N_2$$

$$N = (4.82\text{ml} * 0.096\text{N}) / 5\text{ml} = 0.093\text{N}$$

5. Sulfato Ferroso Amoniacal

Estandarización de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado (0.1N) con dicromato de potasio estandarizado (0.1N), con un electrodo de platino comercial. (5/III/2012MF)

Las siguientes graficas se realizaron calculando el promedio de 3 valoraciones a las mismas condiciones de temperatura y presión.

Gráfico 3. Curva de valoración

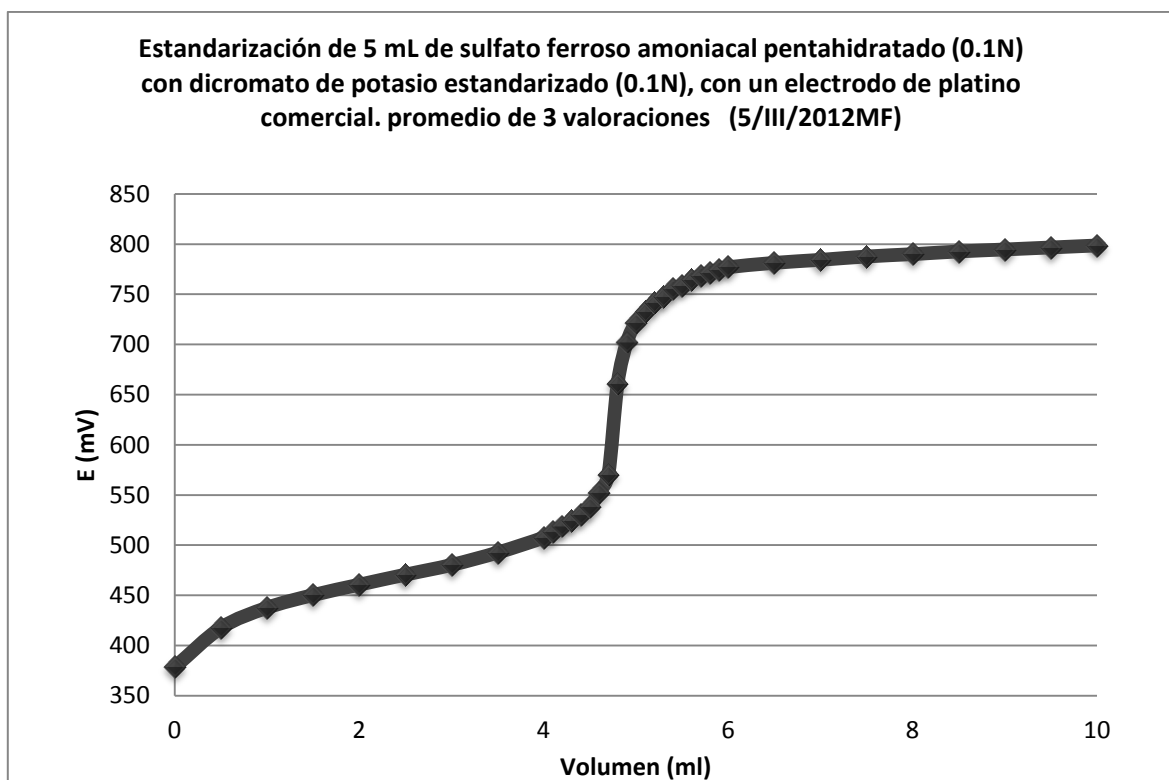
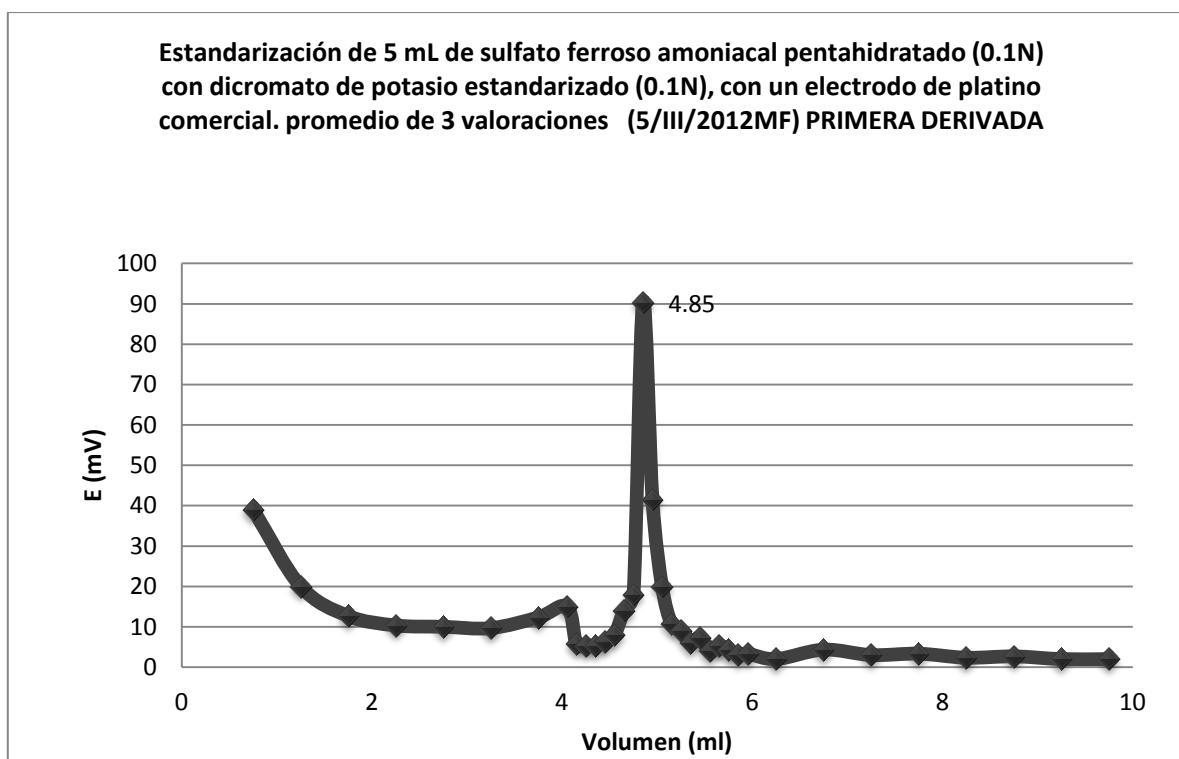


Gráfico 4. Primera derivada



Obteniendo el promedio de los volúmenes de punto de equivalencia de la primera y segunda:

$$(4.85+4.8)/2=4.82 \text{ ml}$$

Sabiendo el volumen de punto de equivalencia, calculamos la concentración real del sulfato ferroso amoniacal pentahidratado.

$$V_1N_1=V_2N_2$$

$$N = (4.82\text{ml} * 0.1\text{N}) / 5\text{ml} = 0.096\text{N}$$

TABLAS

Tabla 1. Ultramicrovaloraciones de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado con sulfato cérico amoniacal pentahidratado

Evento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Promedio
V (ml)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E(mV)
0	394	400	402	402	408	407	409	412	411	409	405.4
0.5	419	421	422	419	422	423	424	421	424	418	421.3
1	434	435	439	433	436	435	433	436	435	428	434.4
1.5	446	446	447	444	449	449	444	443	444	440	445.2
2	457	455	459	452	456	456	457	453	453	450	454.8
2.5	465	466	468	464	463	462	463	462	462	460	463.5
3	474	474	478	472	474	474	470	470	472	468	472.6
3.5	486	484	489	480	484	483	484	478	479	474	482.1
4	500	500	501	488	493	499	494	492	494	498	495.9
4.1	502	502	503	494	499	501	498	498	498	500	499.5
4.2	505	504	507	498	501	505	502	502	500	502	502.6
4.3	509	508	509	500	505	507	504	506	504	504	505.6
4.4	513	512	511	504	509	509	508	508	506	506	508.6
4.5	517	516	513	508	513	517	512	512	510	508	512.6
4.6	521	520	517	514	515	522	516	516	514	514	516.9
4.7	527	526	521	520	520	526	524	520	518	518	522
4.8	537	535	527	524	526	530	529	527	525	528	528.8
4.9	544	544	537	533	530	540	537	533	531	534	536.3
5	560	557	562	543	544	555	552	545	557	544	551.9
5.1	625	584	583	558	556	599	570	562	571	557	576.5
5.2	1011	979	965	964	581	994	946	810	947	885	908.2
5.3	1049	1034	1039	1000	981	1035	1007	959	1005	963	1007.2
5.4	1068	1064	1063	1030	1006	1070	1039	986	1038	992	1035.6
5.5	1092	1089	1088	1046	1037	1090	1069	1005	1065	1013	1059.4
5.6	1105	1103	1100	1064	1055	1102	1082	1026	1078	1032	1074.7
5.7	1118	1117	1113	1073	1070	1110	1096	1040	1098	1044	1087.9
5.8	1124	1128	1127	1088	1085	1126	1114	1066	1107	1062	1102.7

5.9	1134	1139	1136	1094	1097	1132	1123	1078	1117	1076	1112.6
6	1138	1145	1144	1099	1102	1141	1128	1087	1126	1089	1119.9
6.5	1155	1161	1161	1125	1127	1158	1146	1112	1145	1114	1140.4
7	1164	1172	1172	1139	1143	1167	1159	1131	1159	1134	1154
7.5	1180	1180	1182	1150	1154	1174	1166	1142	1168	1149	1164.5
8	1186	1189	1189	1157	1166	1181	1172	1153	1173	1156	1172.2
8.5	1192	1195	1195	1167	1176	1187	1180	1163	1180	1164	1179.9
9	1199	1203	1202	1173	1183	1192	1190	1170	1184	1170	1186.6
9.5	1202	1208	1206	1176	1188	1197	1196	1176	1188	1176	1191.3
10	1208	1212	1215	1183	1192	1202	1200	1182	1193	1180	1196.7

Tabla 2. 1° derivada de Microvaloraciones de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado con sulfato cérico amoniacal pentahidratado

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Promedio
V (ml)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0											
0.5	25	21	20	17	14	16	15	9	13	9	15.9
1	15	14	17	14	14	12	9	15	11	10	13.1
1.5	12	11	8	11	13	14	11	7	9	12	10.8
2	11	9	12	8	7	7	13	10	9	10	9.6
2.5	8	11	9	12	7	6	6	9	9	10	8.7
3	9	8	10	8	11	12	7	8	10	8	9.1
3.5	12	10	11	8	10	9	14	8	7	6	9.5
4	14	16	12	8	9	16	10	14	15	24	13.8
4.1	2	2	2	6	6	2	4	6	4	2	3.6
4.2	3	2	4	4	2	4	4	4	2	2	3.1
4.3	4	4	2	2	4	2	2	4	4	2	3
4.4	4	4	2	4	4	2	4	2	2	2	3
4.5	4	4	2	4	4	8	4	4	4	2	4
4.6	4	4	4	6	2	5	4	4	4	6	4.3
4.7	6	6	4	6	5	4	8	4	4	4	5.1
4.8	10	9	6	4	6	4	5	7	7	10	6.8
4.9	7	9	10	9	4	10	8	6	6	6	7.5
5	16	13	25	10	14	15	15	12	26	10	15.6
5.1	65	27	21	15	12	44	18	17	14	13	24.6
5.2	386	395	382	406	25	395	376	248	376	328	331.7
5.3	38	55	74	36	400	41	61	149	58	78	99
5.4	19	30	24	30	25	35	32	27	33	29	28.4
5.5	24	25	25	16	31	20	30	19	27	21	23.8
5.6	13	14	12	18	18	12	13	21	13	19	15.3
5.7	13	14	13	9	15	8	14	14	20	12	13.2
5.8	6	11	14	15	15	16	18	26	9	18	14.8

5.9	10	11	9	6	12	6	9	12	10	14	9.9
6	4	6	8	5	5	9	5	9	9	13	7.3
6.5	17	16	17	26	25	17	18	25	19	25	20.5
7	9	11	11	14	16	9	13	19	14	20	13.6
7.5	16	8	10	11	11	7	7	11	9	15	10.5
8	6	9	7	7	12	7	6	11	5	7	7.7
8.5	6	6	6	10	10	6	8	10	7	8	7.7
9	7	8	7	6	7	5	10	7	4	6	6.7
9.5	3	5	4	3	5	5	6	6	4	6	4.7
10	6	4	9	7	4	5	4	6	5	4	5.4

Tabla 3. Ultramicrovaloraciones de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado con sulfato cérico amoniacal pentahidratado

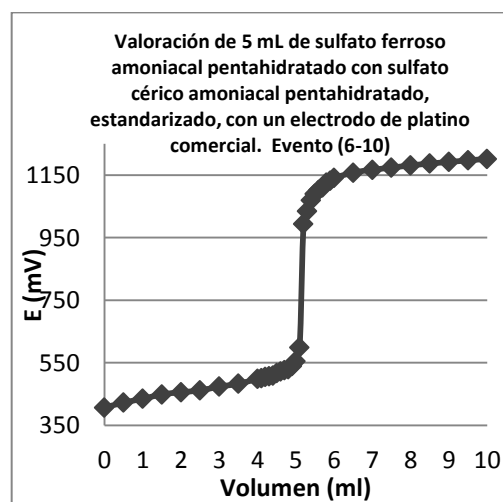
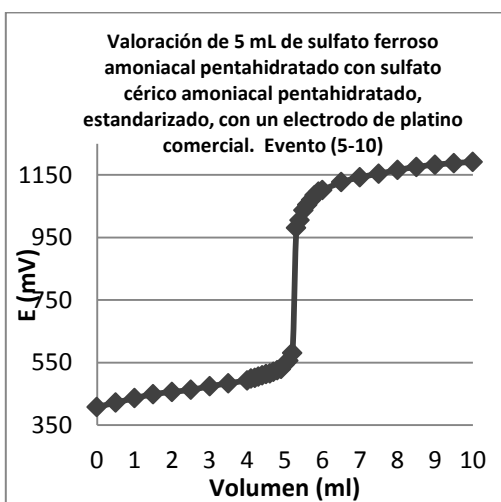
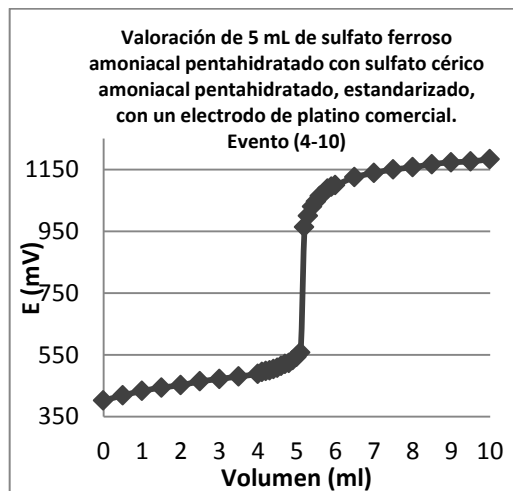
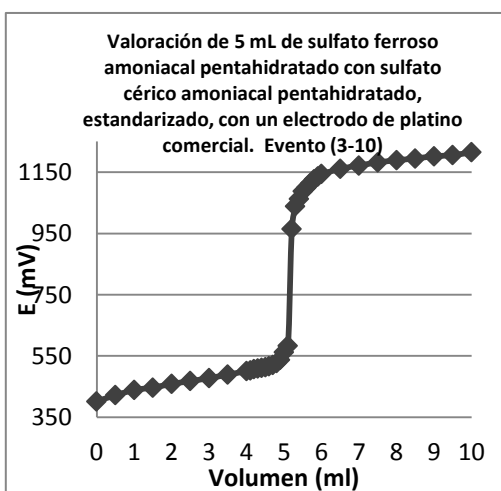
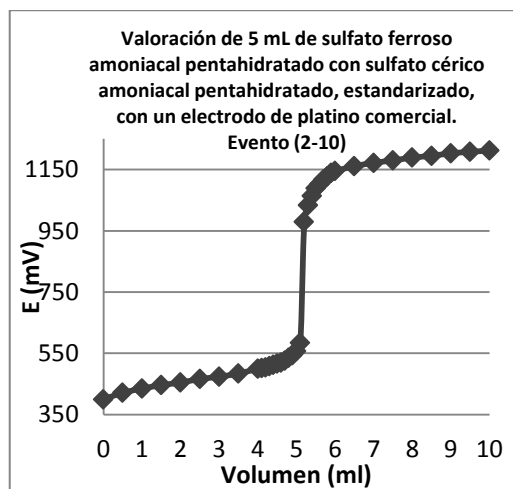
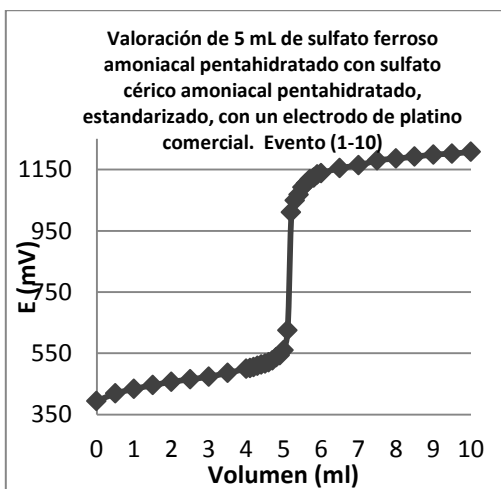
Evento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	Promedio	
V (ml)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	292	320	302	316	302	311	337	347	278	290	281	288	301	305	292	287	277	289	290	281	305	300	280	263	266	265	279	267	268	275	291.8	
10	309	327	313	322	312	322	342	353	295	303	291	296	310	315	305	300	293	301	300	297	312	311	297	280	285	284	295	285	285	290	304.333333	
20	319	333	322	331	325	331	349	357	308	314	300	307	320	319	317	311	305	312	307	308	320	317	307	291	298	297	307	298	298	305	314.433333	
30	329	342	331	339	335	340	355	363	317	323	308	317	326	328	321	319	315	321	316	318	328	325	316	302	307	307	315	309	309	313	323.133333	
40	338	346	340	347	341	348	361	370	324	332	316	326	334	334	330	330	325	330	325	327	335	334	326	308	317	318	321	319	318	322	331.4	
50	347	353	348	355	350	358	369	375	334	340	325	337	340	343	338	337	335	339	334	335	343	342	335	312	326	327	329	327	328	333	339.8	
60	356	362	359	364	360	366	378	383	343	350	348	348	349	351	350	347	347	348	342	346	352	350	344	328	335	336	339	337	337	341	349.866667	
70	366	371	369	375	372	377	386	393	354	362	360	358	361	362	359	357	349	359	352	356	363	362	355	334	344	347	349	348	347	354	360.033333	
80	379	383	383	388	385	391	397	405	368	375	371	373	373	377	376	367	369	371	365	368	378	376	369	342	354	359	360	360	359	359	372.666667	
90	400	401	405	414	406	409	414	420	387	392	394	395	395	399	399	391	385	392	381	387	401	397	388	364	372	377	379	377	376	370	392.233333	
92	402	404	411	423	412	414	418	426	390	396	399	402	404	408	407	397	391	397	386	392	408	403	393	389	374	380	382	381	381	376	398.2	
94	413	409	421	433	419	421	424	431	397	402	405	410	414	414	419	407	399	404	391	400	418	411	404	392	377	387	387	387	387	378	405.366667	
96	420	416	433	447	432	428	430	439	402	409	416	426	433	425	438	418	409	417	399	407	433	422	414	393	382	393	394	392	391	382	414.666667	
98	438	423	470	517	451	442	439	452	405	421	434	453	476	440	745	438	422	433	406	423	475	443	434	399	389	403	404	401	399	387	442.066667	
100	481	436	851	866	821	467	453	469	433	438	505	861	893	437	857	490	458	489	418	447	864	780	485	409	395	416	423	412	408	390	551.733333	
102	844	458	888	895	880	837	476	544	650	694	862	911	919	448	901	881	817	891	438	831	901	884	861	423	406	452	674	437	426	394	697.433333	
104	874	849	905	915	899	878	807	879	861	867	914	949	940	822	936	916	897	929	472	869	919	916	896	443	423	851	882	818	489	454	815.633333	
106	892	889	923	932	911	897	872	896	923	905	935	963	956	893	946	934	916	947	879	886	933	933	911	877	778	888	910	881	877	882	905.5	
108	908	914	940	948	922	911	903	912	940	929	949	975	965	915	956	945	929	961	907	899	945	946	925	895	864	906	927	901	922	922	926.033333	
110	924	935	950	958	930	922	918	924	951	945	964	987	973	937	966	955	940	977	927	916	955	956	934	910	888	922	943	922	944	940	940.433333	
120	953	974	975	979	956	951	961	957	982	971	994	1008	1000	988	987	980	966	999	964	942	980	978	960	938	944	962	970	957	978	974	970.933333	
130	969	993	989	996	969	968	982	975	999	988	1008	1018	1013	1007	999	995	983	1011	983	964	997	993	975	955	964	977	986	979	994	983	987.066667	
140	982	1004	1000	1003	980	979	997	981	1012	999	1017	1022	1021	1014	1016	1005	994	1022	997	980	1008	1005	989	968	983	985	995	990	1005	999	998.4	
150	992	1016	1011	1011	991	992	1005	991	1023	1007	1023	1031	1034	1022	1025	1013	1003	1033	1009	990	1016	1014	998	978	990	993	1003	996	1014	1007	1007.7	
160	1001	1026	1017	1022	998	1001	1013	1000	1035	1017	1032	1037	1043	1028	1029	1020	1013	1040	1017	1002	1022	1021	1004	985	997	999	1010	1003	1021	1013	1015.53333	
170	1008	1033	1025	1031	1006	1010	1021	1007	1040	1026	1040	1044	1049	1035	1033	1026	1020	1044	1024	1008	1028	1028	1011	992	1002	1005	1016	1008	1027	1016	1022.1	
180	1013	1039	1033	1038	1012	1019	1028	1015	1044	1033	1048	1049	1051	1040	1038	1034	1026	1048	1033	1014	1033	1033	1018	999	1005	1010	1020	1016	1033	1020	1028.06667	
190	1017	1044	1037	1045	1017	1026	1033	1020	1049	1037	1052	1053	1055	1043	1042	1040	1032	1053	1038	1021	1037	1039	1023	1005	1010	1014	1025	1021	1037	1023	1032.93333	
200	1022	1049	1045	1052	1023	1034	1040	1025	1055	1042	1057	1057	1058	1047	1047	1045	1037	1056	1043	1028	1042	1043	1035	1011	1023	1019	1030	1026	1042	1028	1038.7	

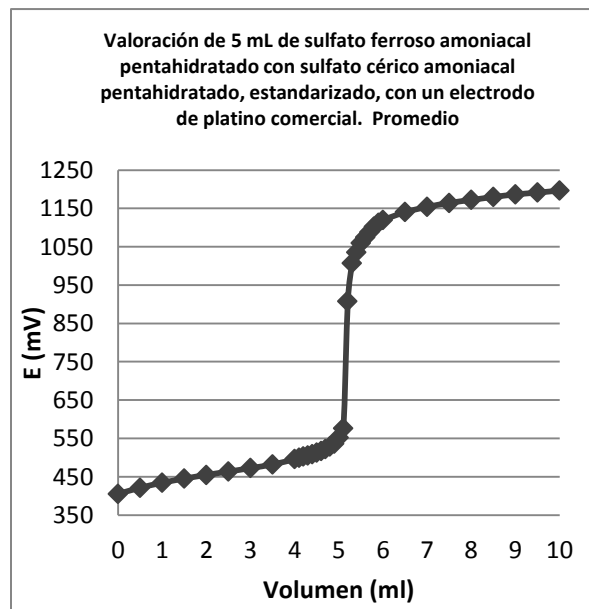
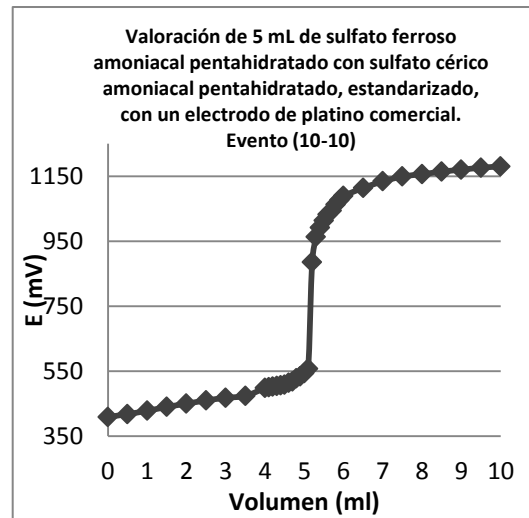
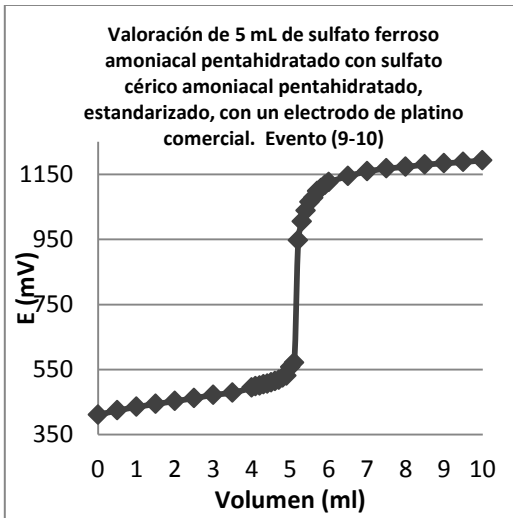
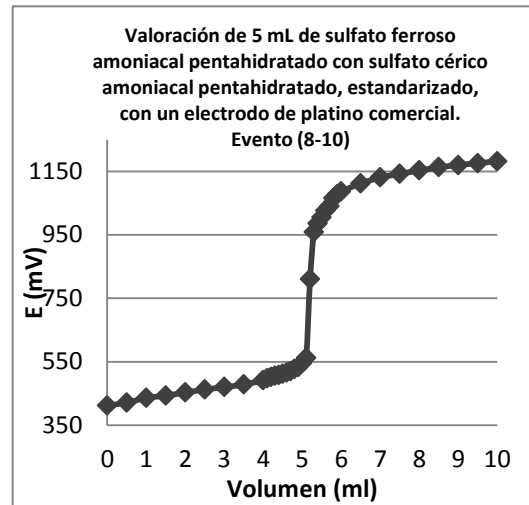
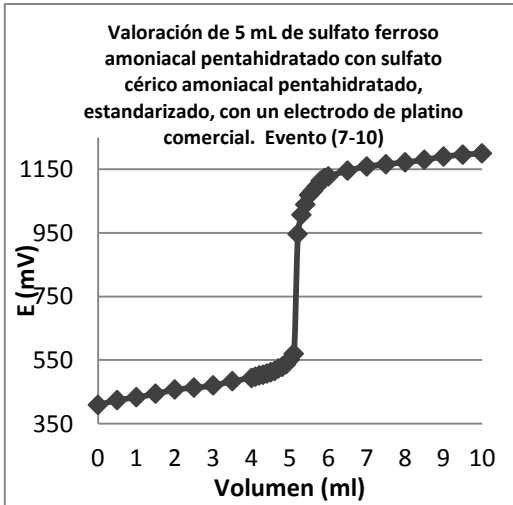
Tabla 4. 1° derivada de Ultramicrovaloraciones de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado con sulfato cérico amoniacal pentahidratado

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	Promedio
V (ml)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0																															
10	17	7	11	6	10	11	5	6	17	13	10	8	9	10	13	13	16	12	10	16	7	11	17	17	19	19	16	18	17	15	12.53
20	10	6	9	9	13	9	7	4	13	11	9	11	10	4	12	11	12	11	7	11	8	6	10	11	13	13	12	13	13	15	10.10
30	10	9	9	8	10	9	6	6	9	9	8	10	6	9	4	8	10	9	9	10	8	8	9	11	9	10	8	11	11	8	8.70
40	9	4	9	8	6	8	6	7	7	9	8	9	8	6	9	11	10	9	9	9	7	9	10	6	10	11	6	10	9	9	8.27
50	9	7	8	8	9	10	8	5	10	8	9	11	6	9	8	7	10	9	9	8	8	8	9	4	9	9	8	8	10	11	8.40
60	9	9	11	9	10	8	9	8	9	10	23	11	9	8	12	10	12	9	8	11	9	8	9	16	9	9	10	10	9	8	10.07
70	10	9	10	11	12	11	8	10	11	12	12	10	12	11	9	10	2	11	10	10	11	12	11	6	9	11	10	11	10	13	10.17
80	13	12	14	13	13	14	11	12	14	13	11	15	12	15	17	10	20	12	13	12	15	14	14	8	10	12	11	12	12	5	12.63
90	21	18	22	26	21	18	17	15	19	17	23	22	22	22	23	24	16	21	16	19	23	21	19	22	18	18	19	17	17	11	19.57
92	2	3	6	9	6	5	4	6	3	4	5	7	9	9	8	6	6	5	5	5	7	6	5	25	2	3	3	4	5	6	5.97
94	11	5	10	10	7	7	6	5	7	6	6	8	10	6	12	10	8	7	5	8	10	8	11	3	3	7	5	6	6	2	7.17
96	7	7	12	14	13	7	6	8	5	7	11	16	19	11	19	11	10	13	8	7	15	11	10	1	5	6	7	5	4	4	9.30
98	18	7	37	70	19	14	9	13	3	12	18	27	43	15	307	20	13	16	7	16	42	21	20	6	7	10	10	9	8	5	27.40
100	43	13	381	349	370	25	14	17	28	17	71	408	417	-3	112	52	36	56	12	24	389	337	51	10	6	13	19	11	9	3	109.67
102	363	22	37	29	59	370	23	75	217	256	357	50	26	11	44	391	359	402	20	384	37	104	376	14	11	36	251	25	18	4	145.70
104	30	391	17	20	19	41	331	335	211	173	52	38	21	374	35	35	80	38	34	38	18	32	35	20	17	399	208	381	63	60	118.20
106	18	40	18	17	12	19	65	17	62	38	21	14	16	71	10	18	19	18	407	17	14	17	15	434	355	37	28	63	388	428	89.87
108	16	25	17	16	11	14	31	16	17	24	14	12	9	22	10	11	13	14	28	13	12	13	14	18	86	18	17	20	45	40	20.53
110	16	21	10	10	8	11	15	12	11	16	15	12	8	22	10	10	11	16	20	17	10	10	9	15	24	16	16	21	22	18	14.40
120	29	39	25	21	26	29	43	33	31	26	30	21	27	51	21	25	26	22	37	26	25	22	26	28	56	40	27	35	34	34	30.50
130	16	19	14	17	13	17	21	18	17	17	14	10	13	19	12	15	17	12	19	22	17	15	15	17	20	15	16	22	16	9	16.13
140	13	11	11	7	11	11	15	6	13	11	9	4	8	7	17	10	11	11	14	16	11	12	14	13	19	8	9	11	11	16	11.33
150	10	12	11	8	11	13	8	10	11	8	6	9	13	8	9	8	9	11	12	10	8	9	9	10	7	8	8	6	9	8	

GRÁFICAS

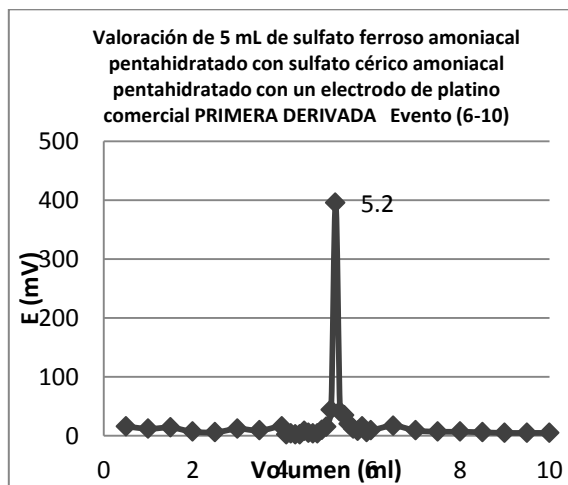
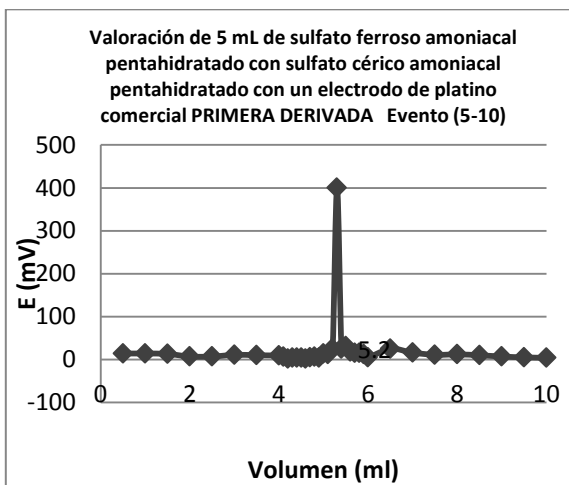
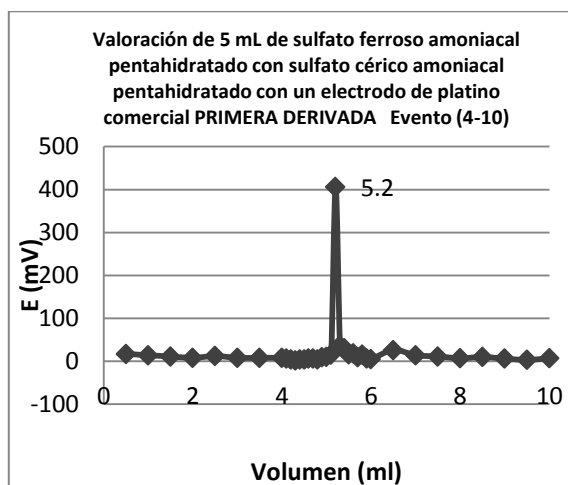
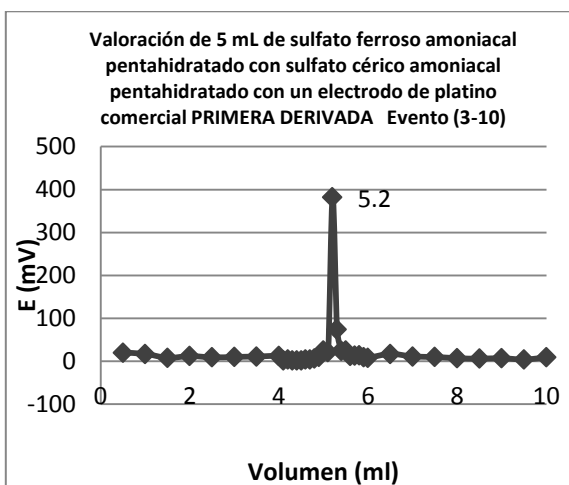
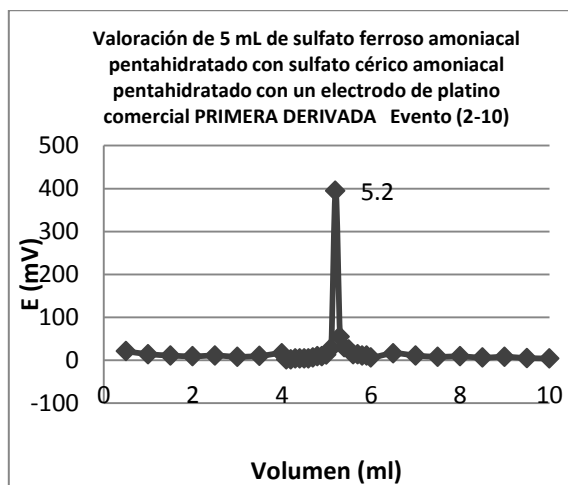
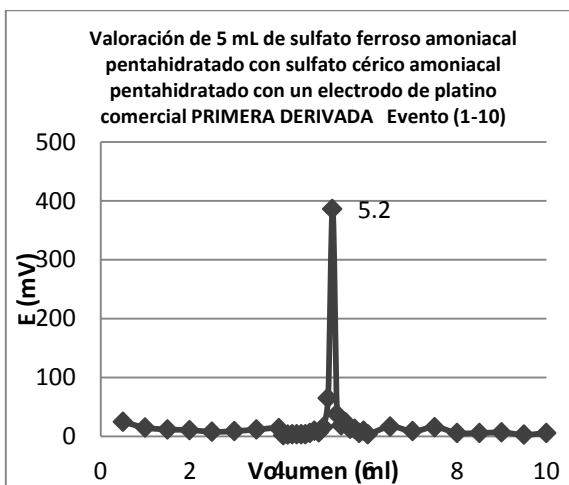
6. Microvaloración (10 repeticiones)

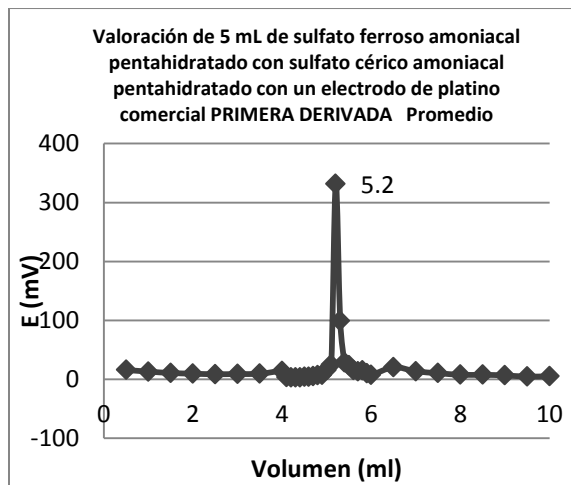
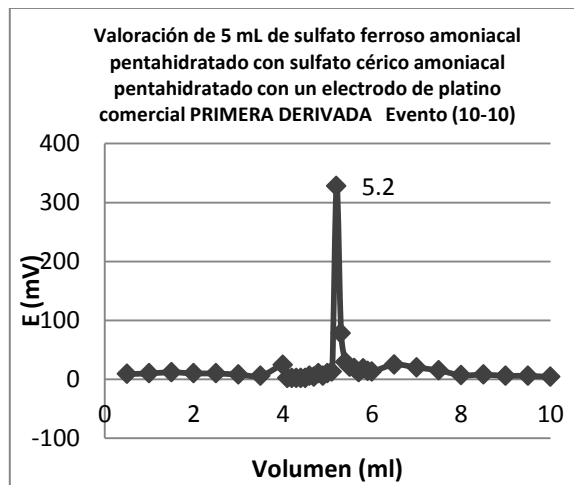
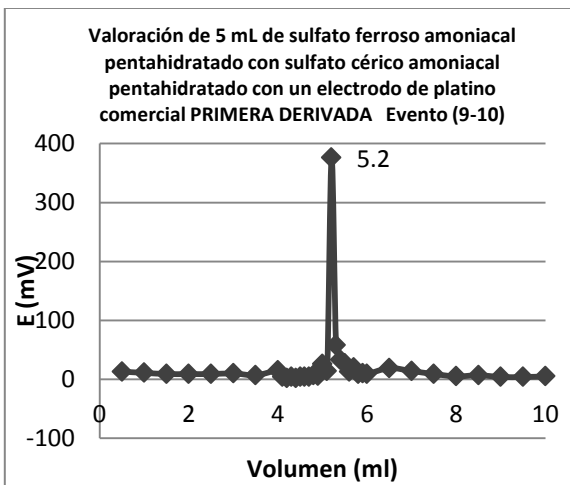
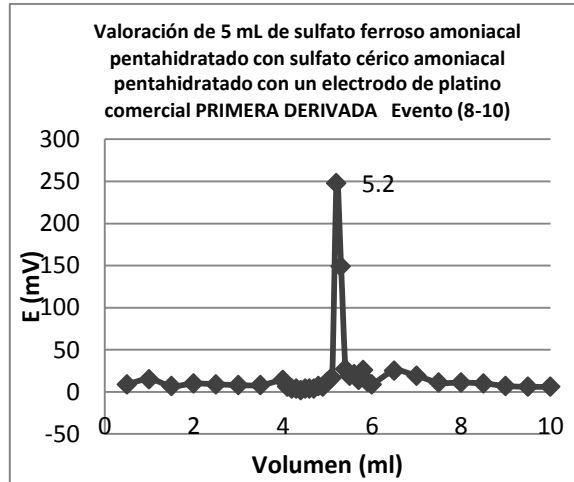
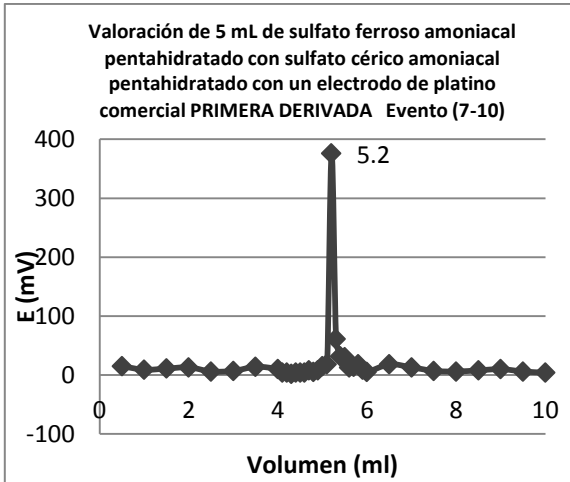




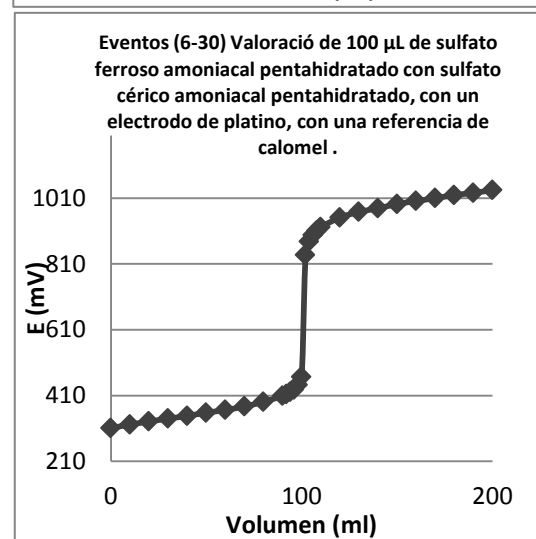
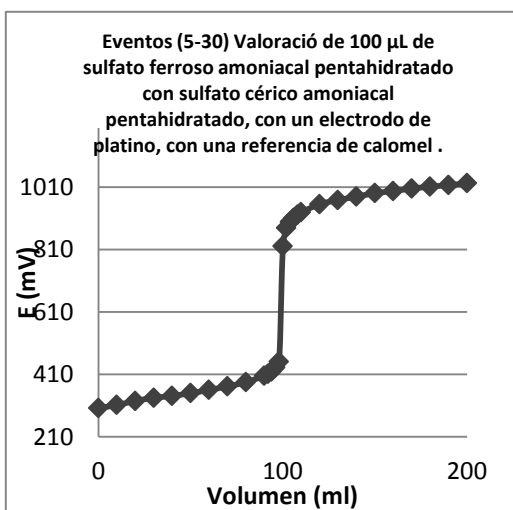
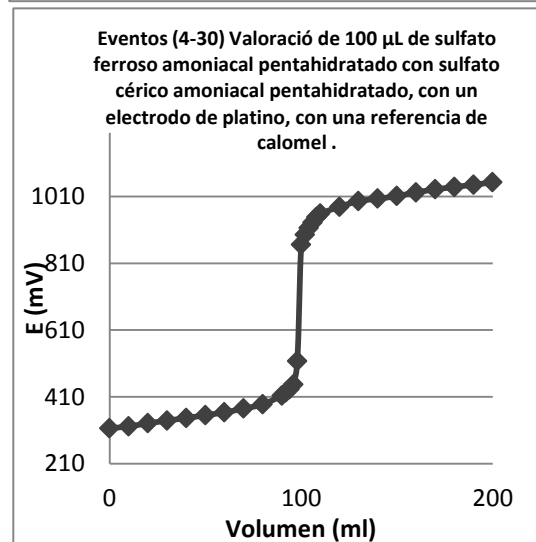
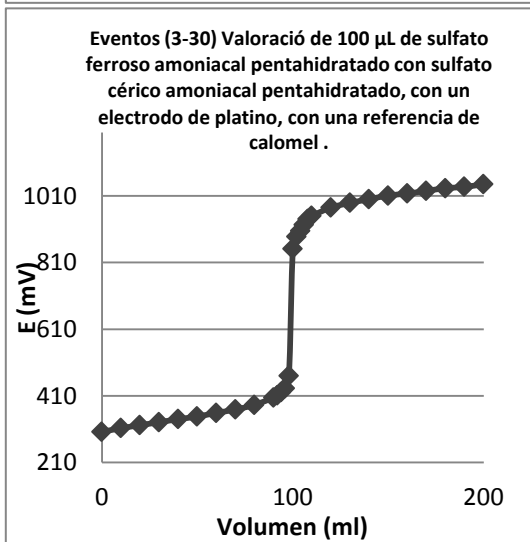
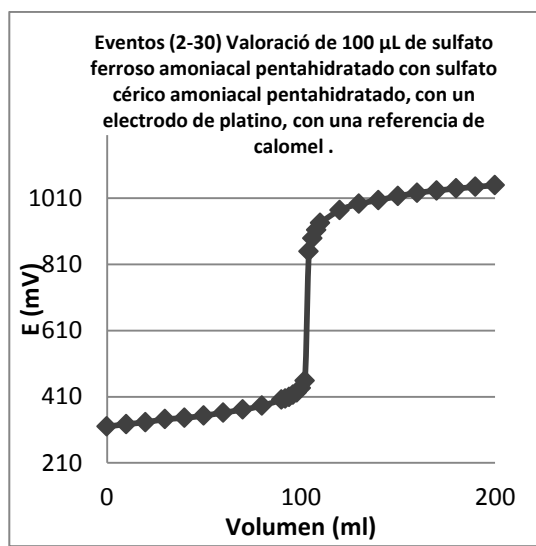
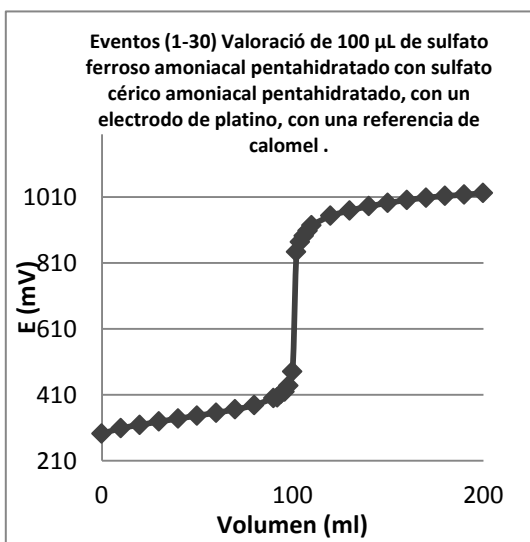
GRÁFICAS

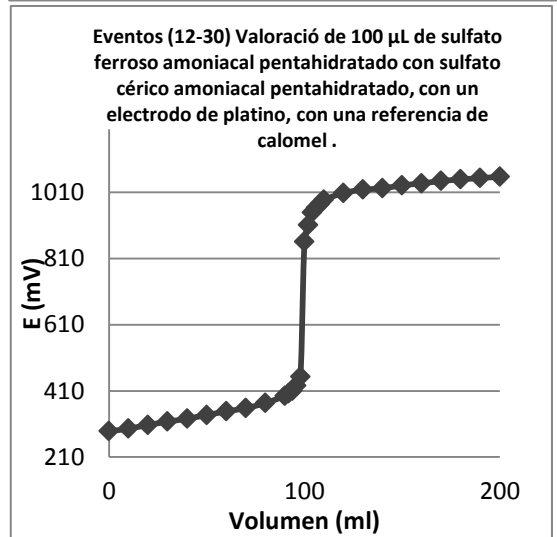
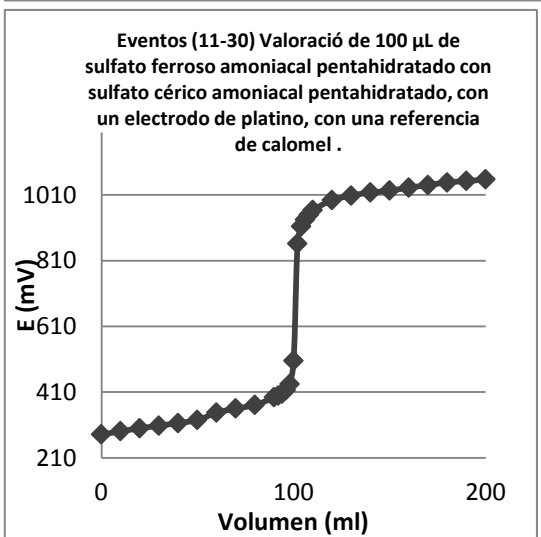
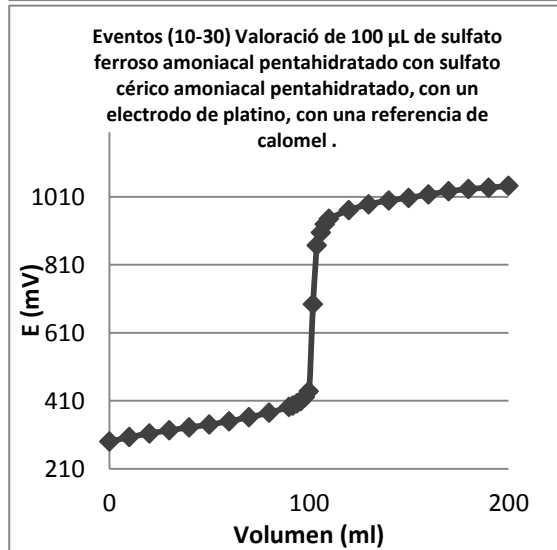
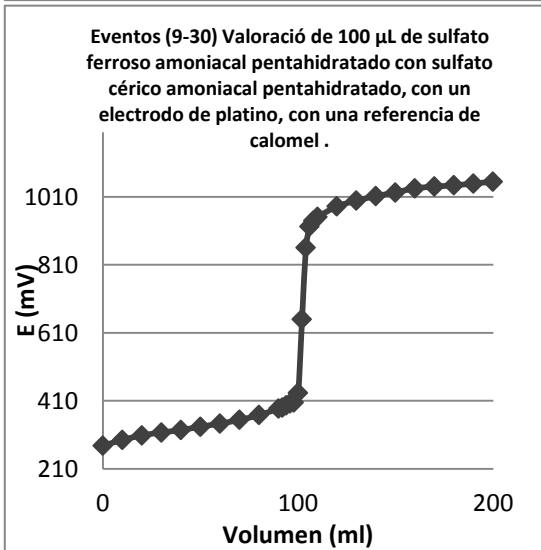
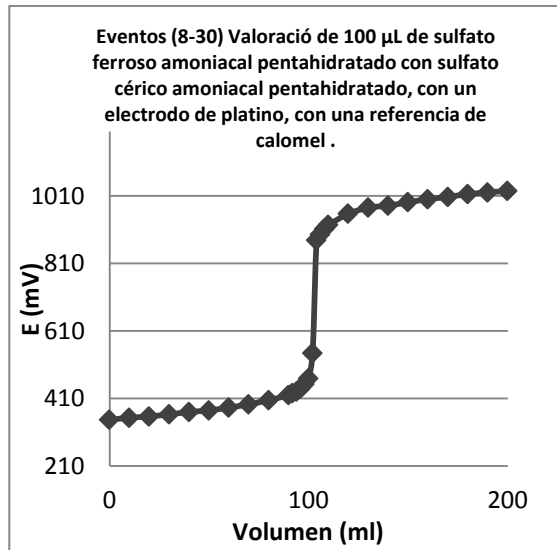
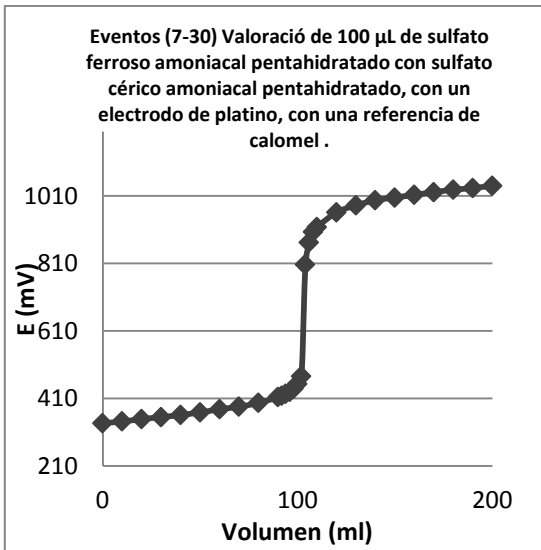
7. Primera Derivada Microvaloración (10 repeticiones)

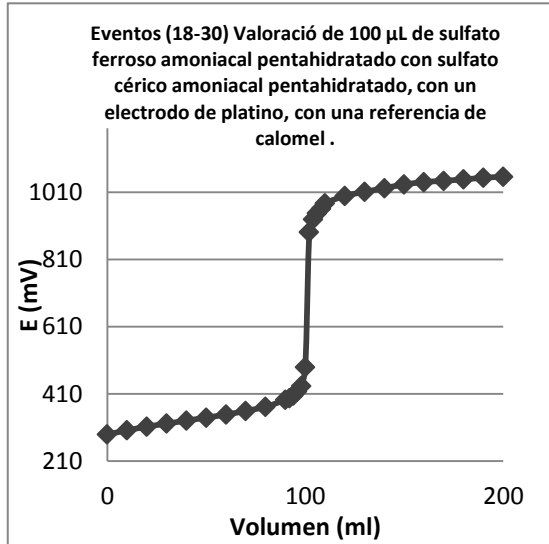
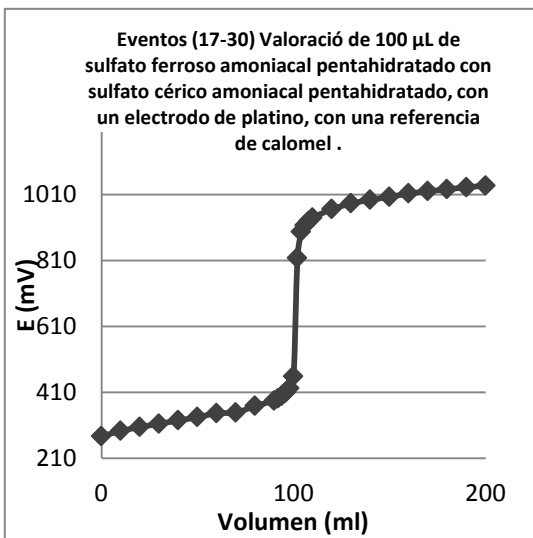
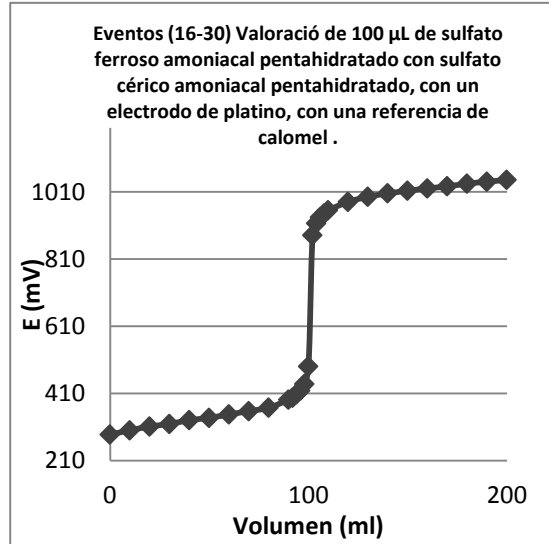
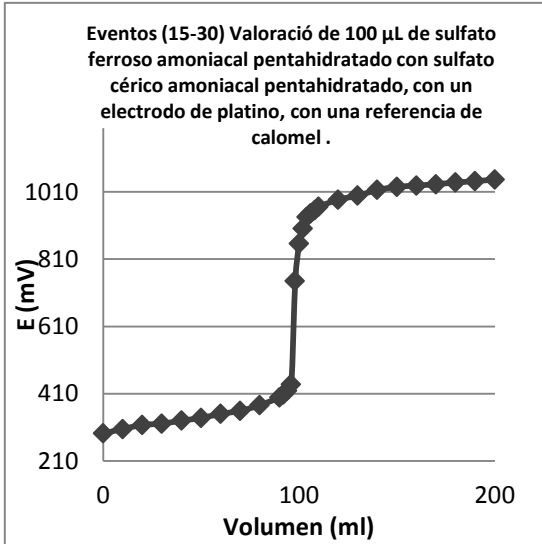
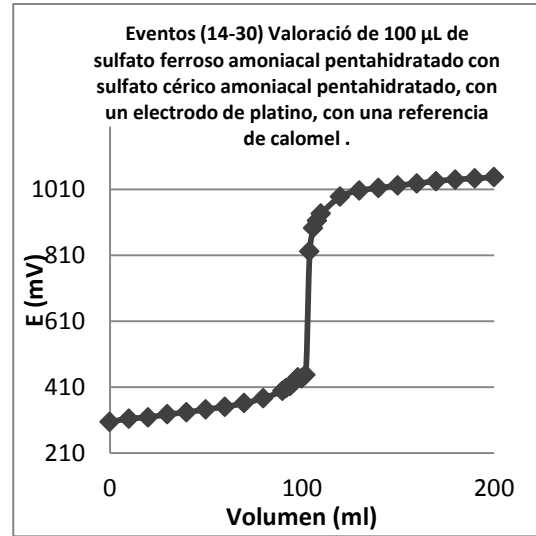
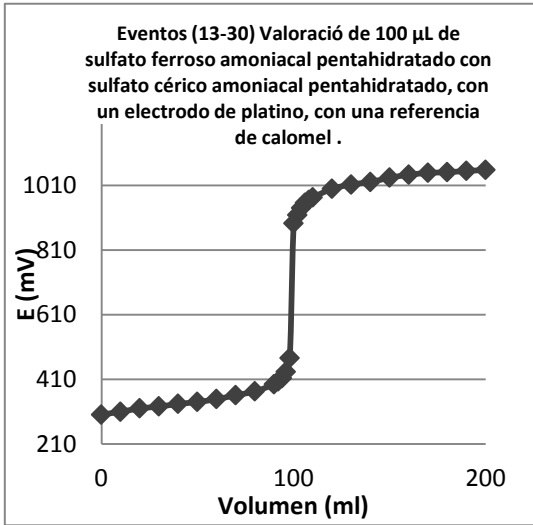


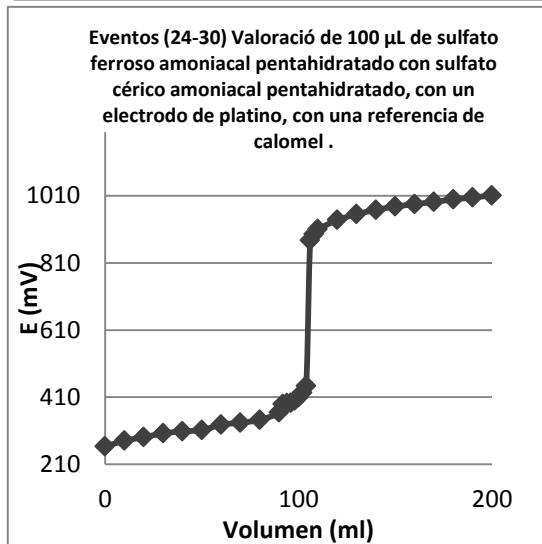
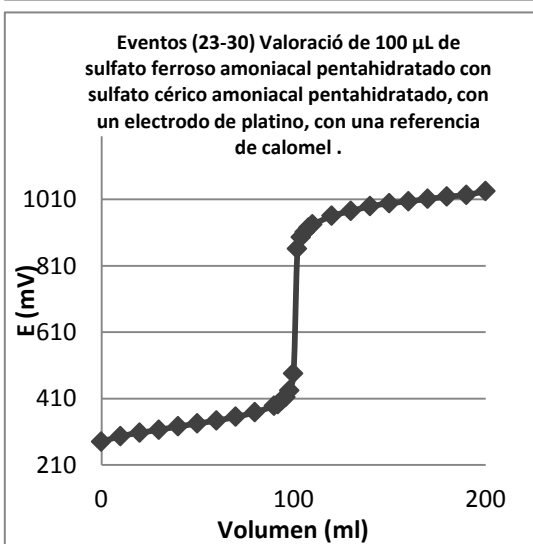
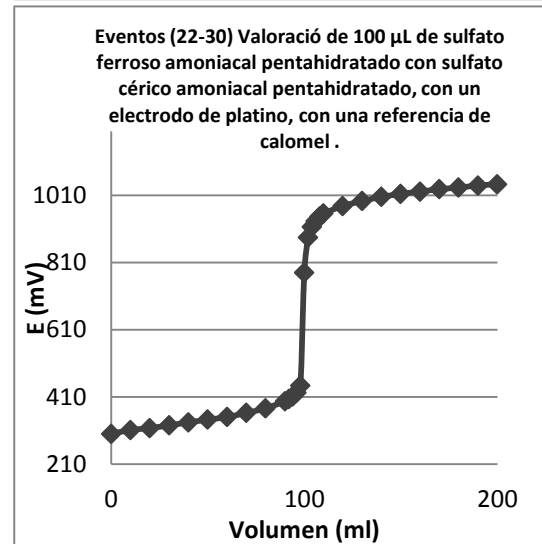
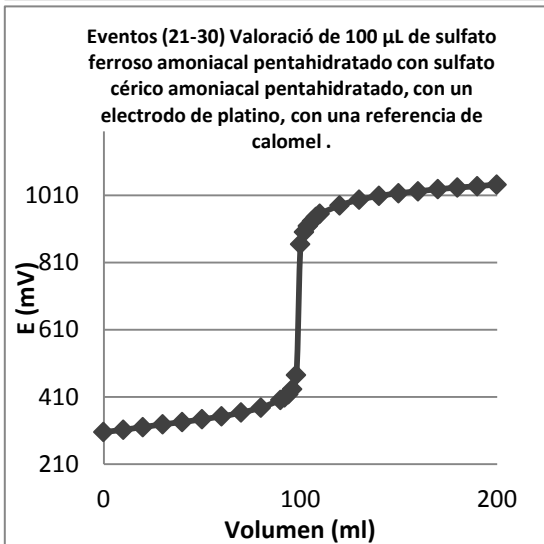
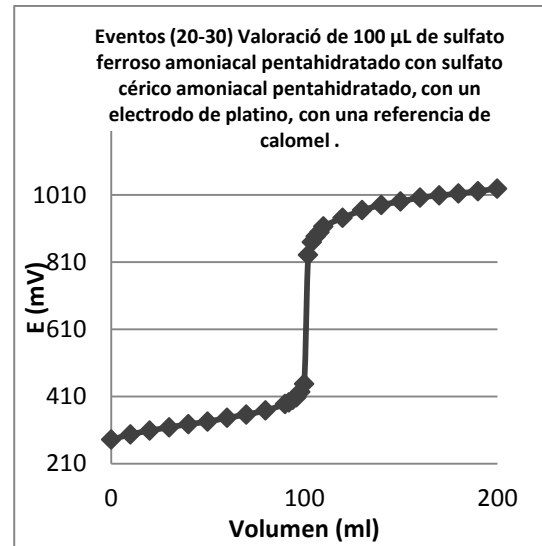
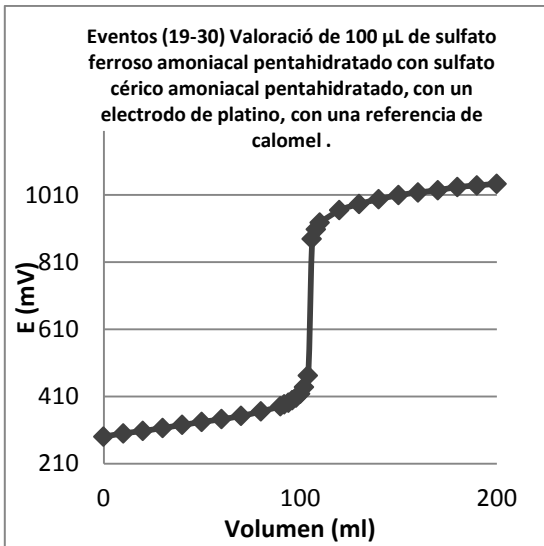


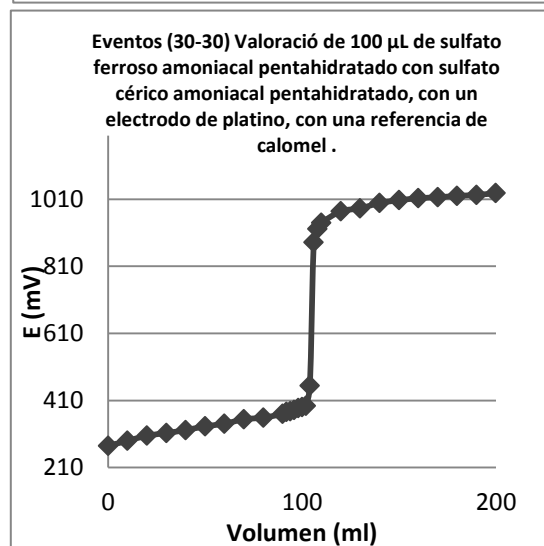
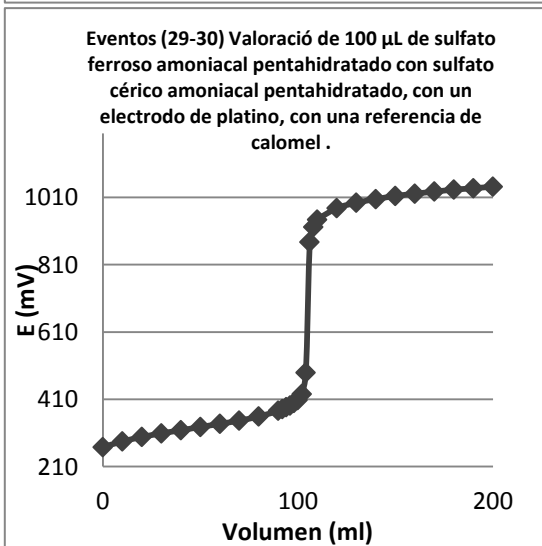
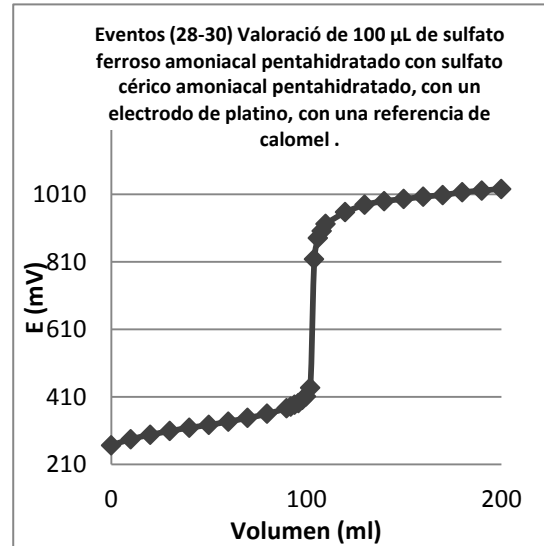
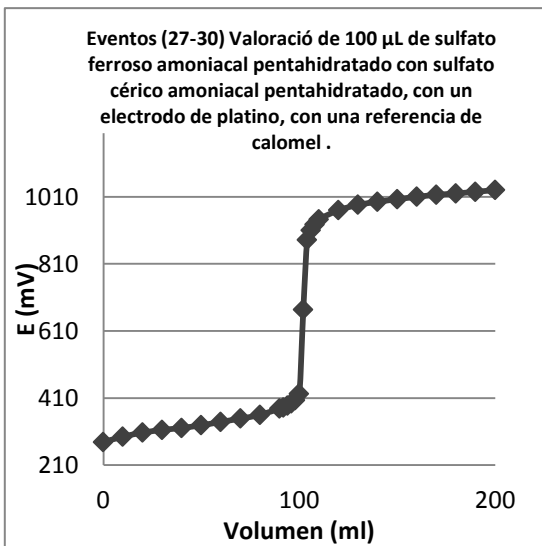
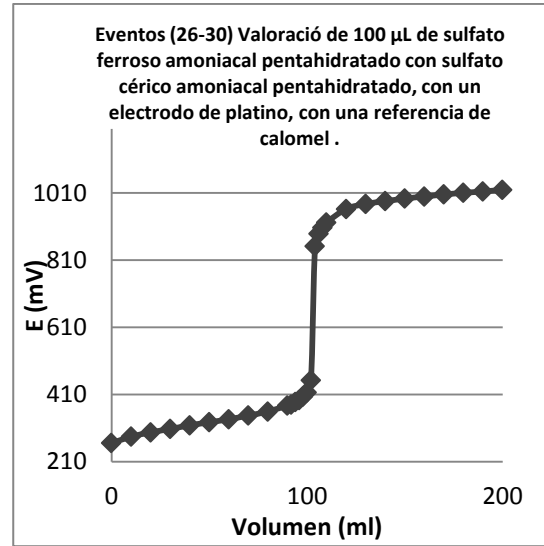
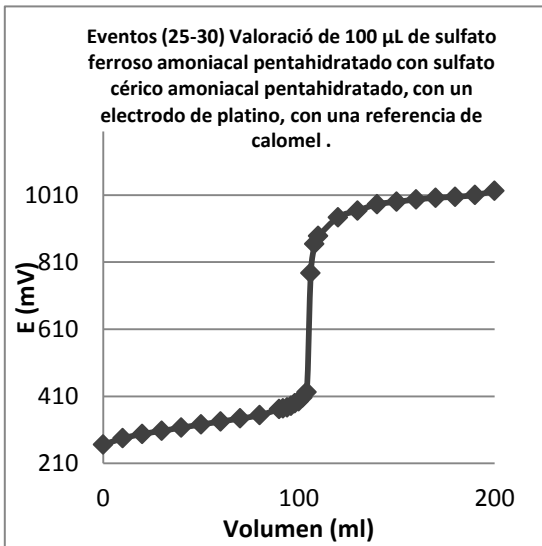
8. Ultramicrovaloraciones (30 repeticiones)



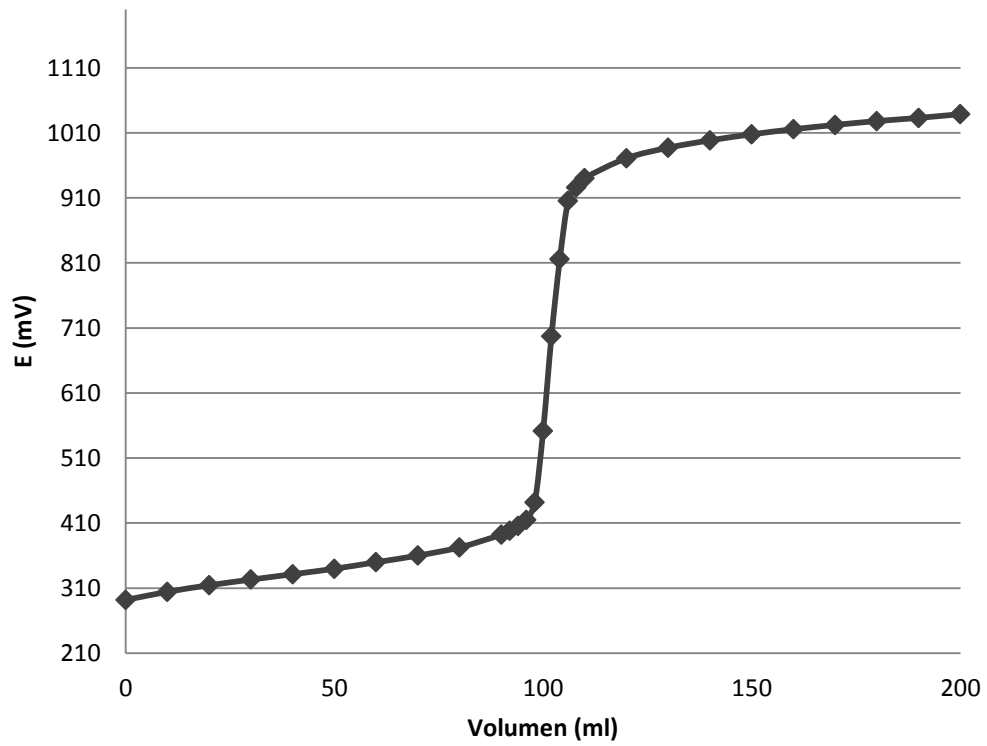




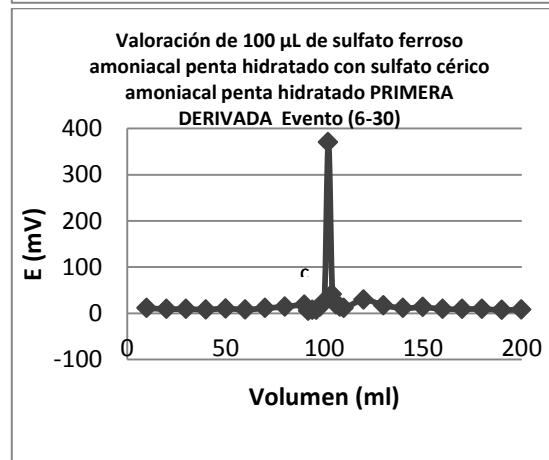
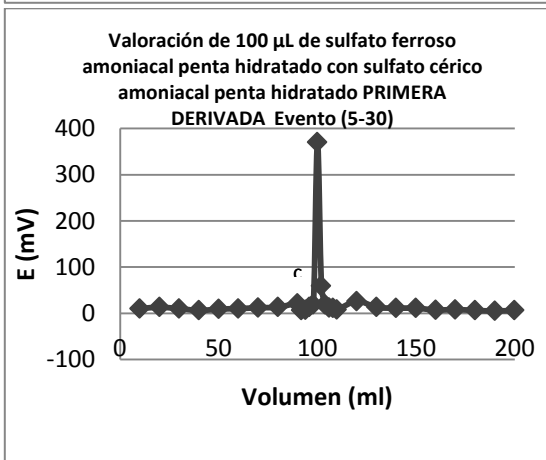
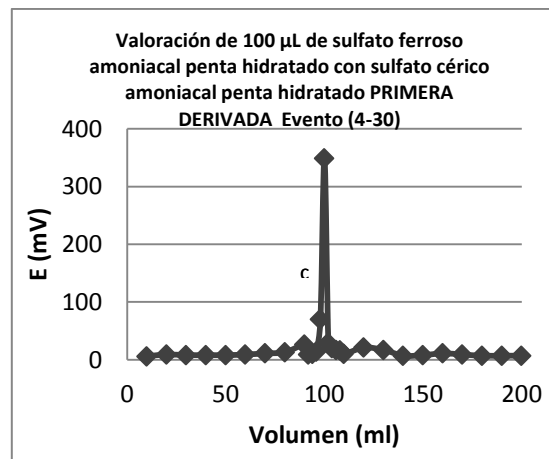
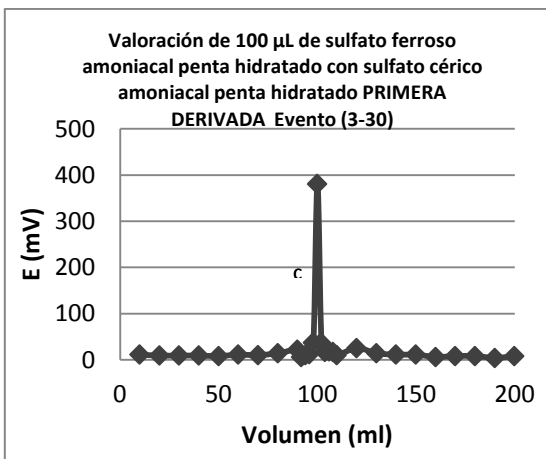
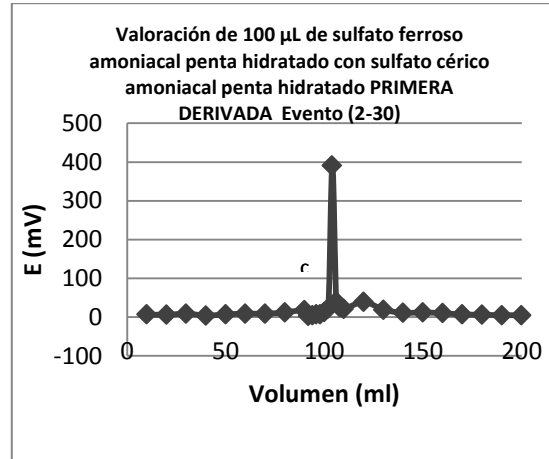
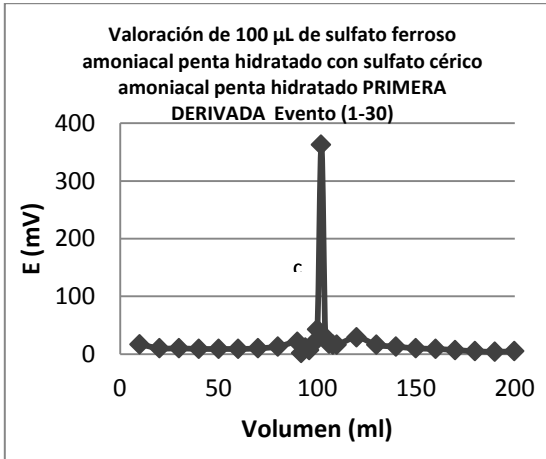


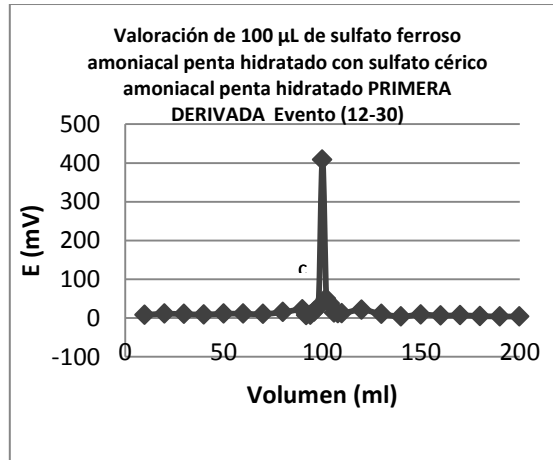
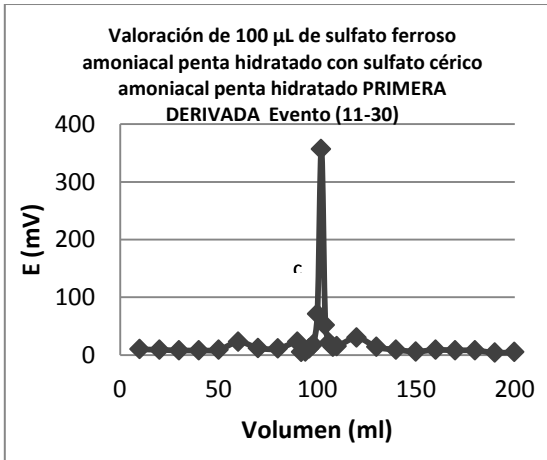
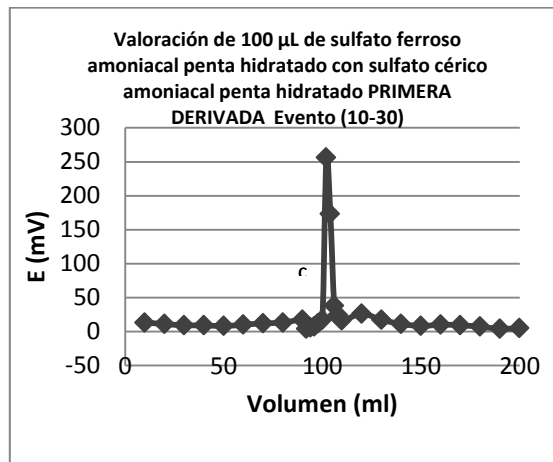
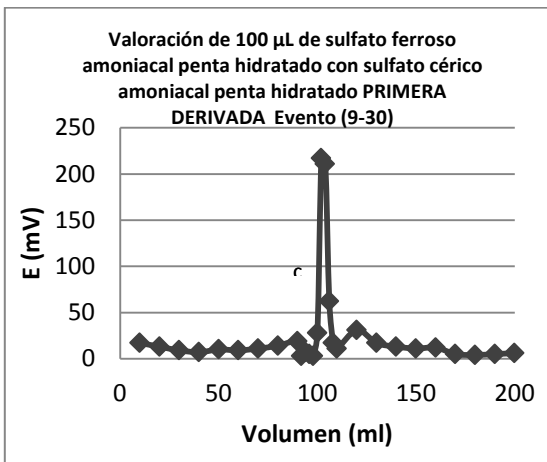
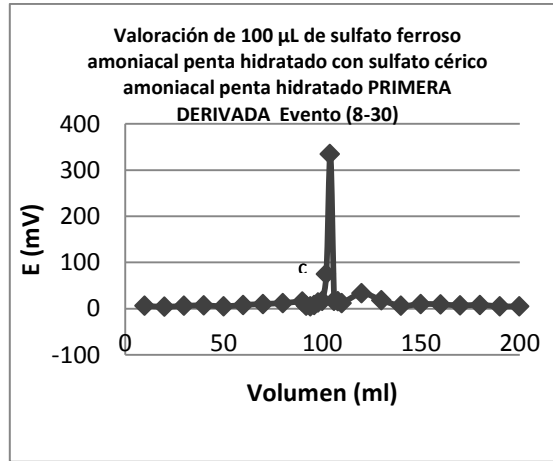
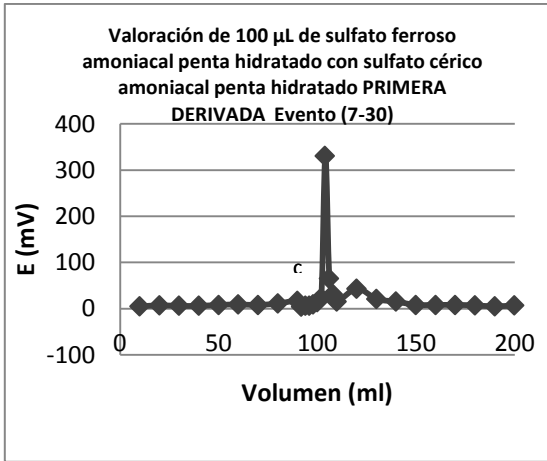


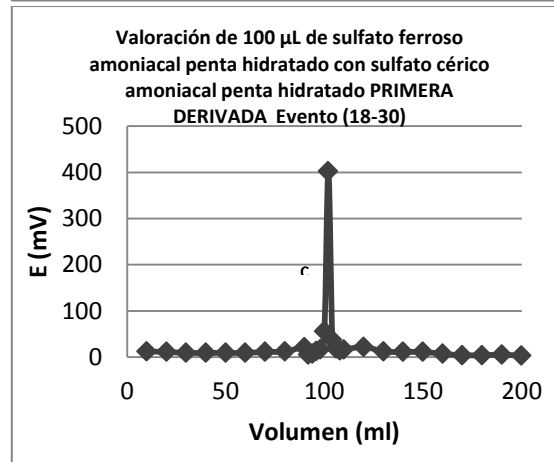
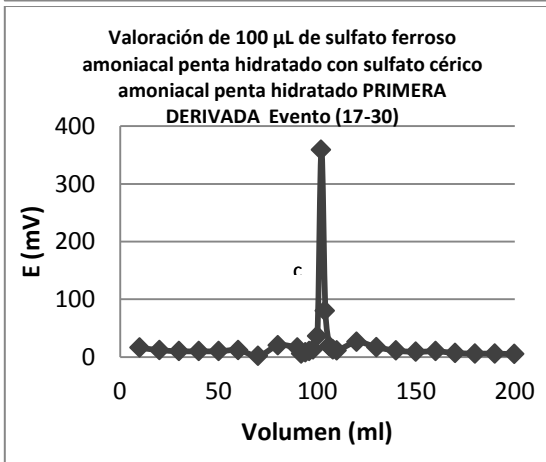
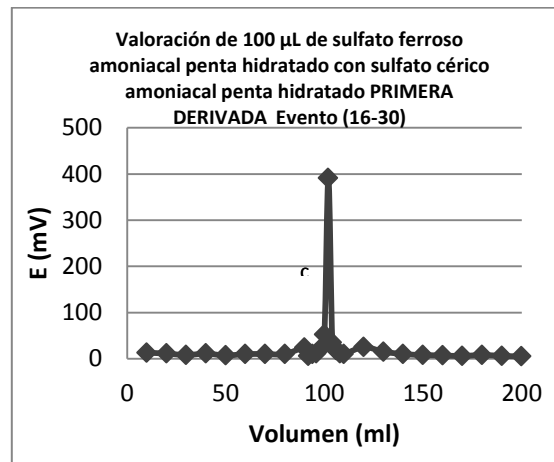
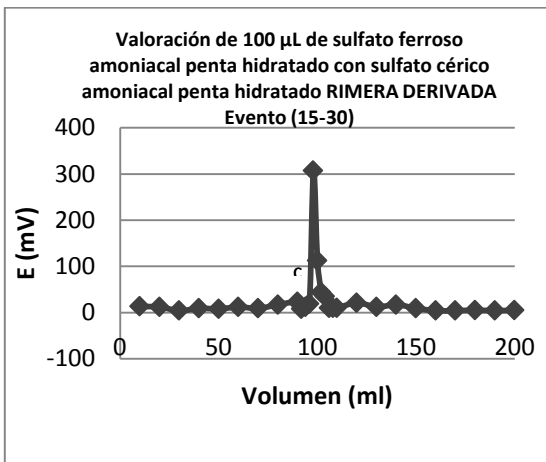
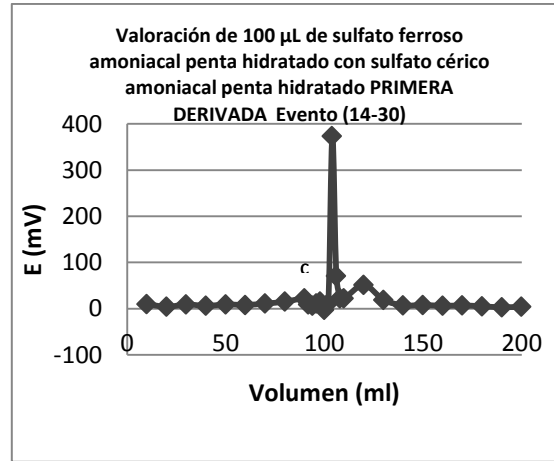
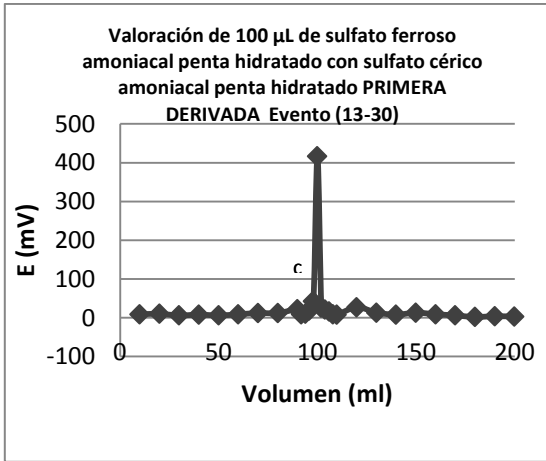
Eventos (Promedio) Valoració de 100 μL de sulfato ferroso amoniacal pentahidratado con sulfato cérico amoniacal pentahidratado, con un electrodo de platino, con una referencia de calomel .

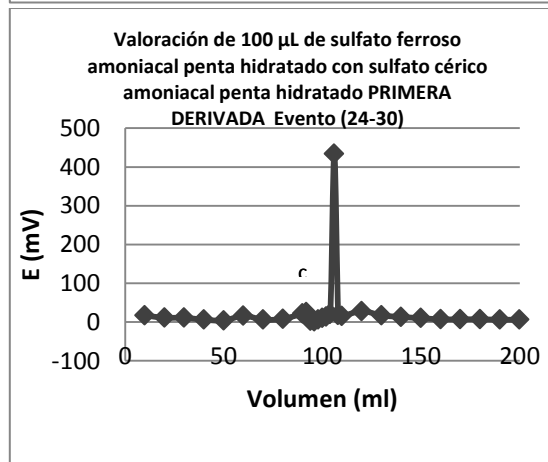
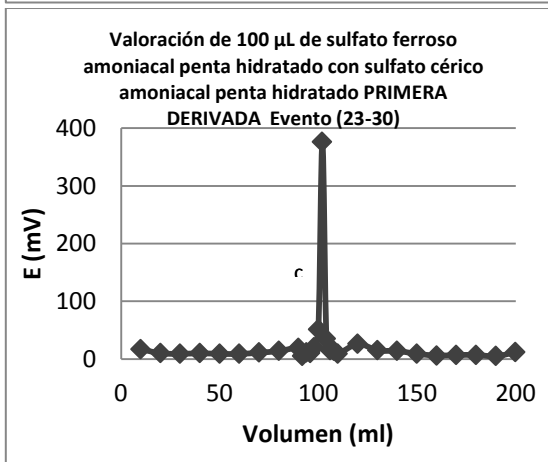
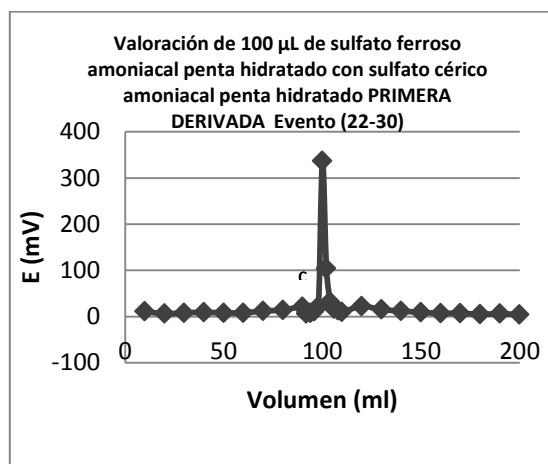
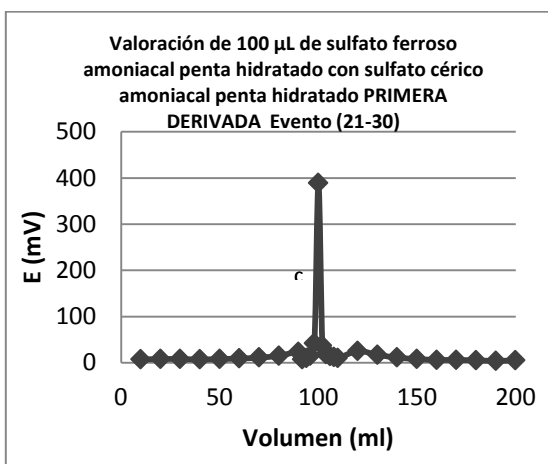
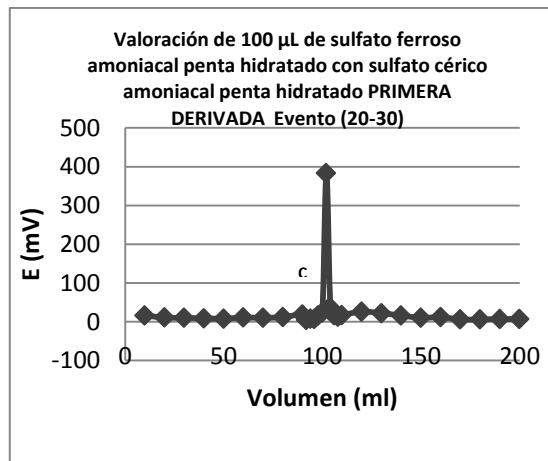
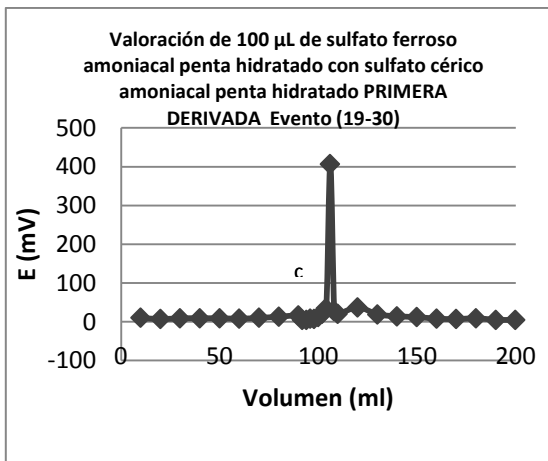


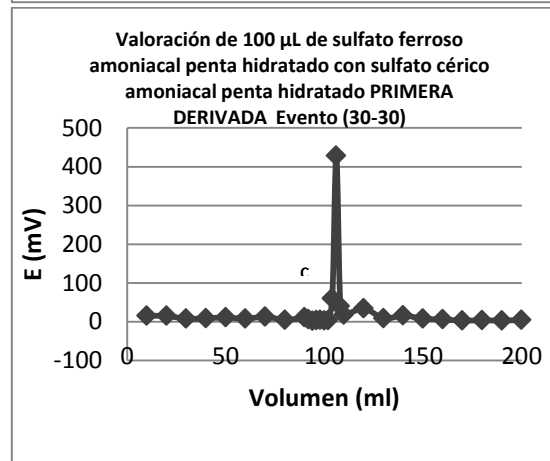
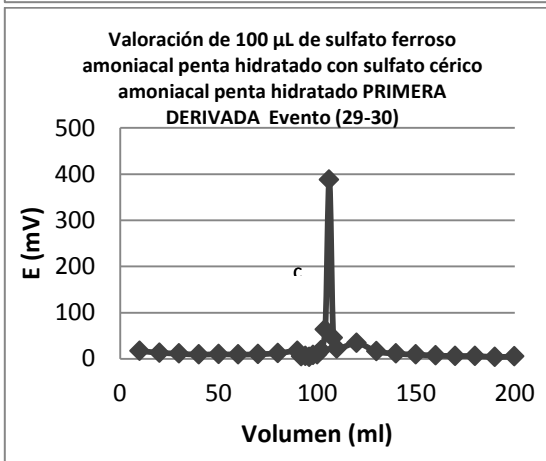
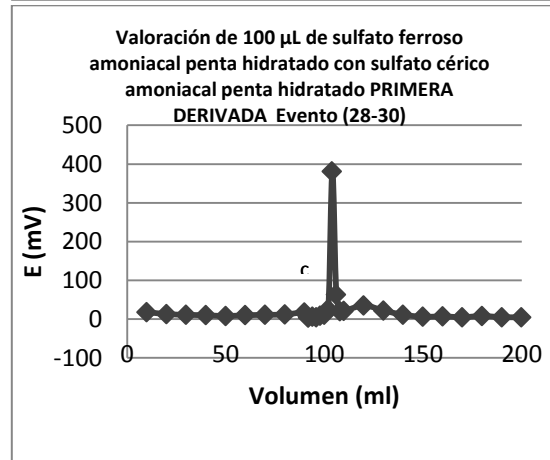
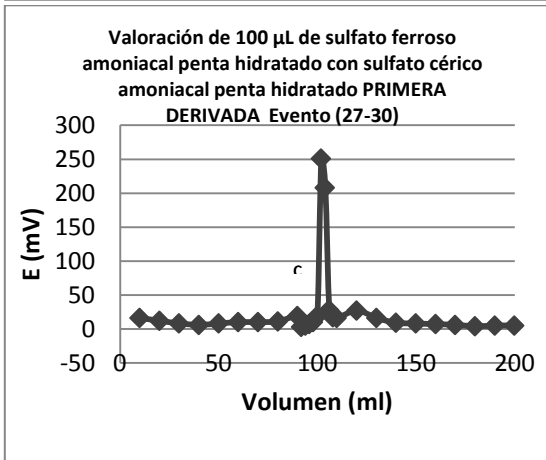
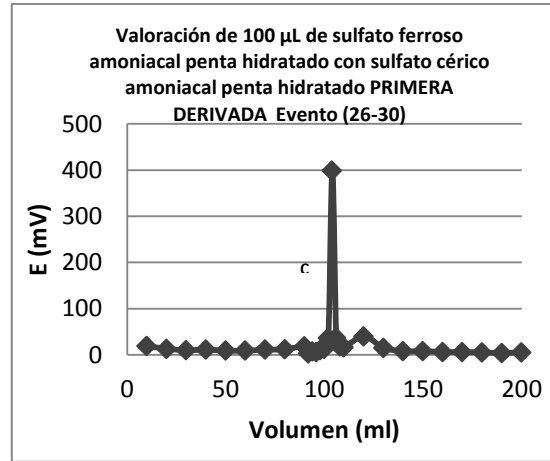
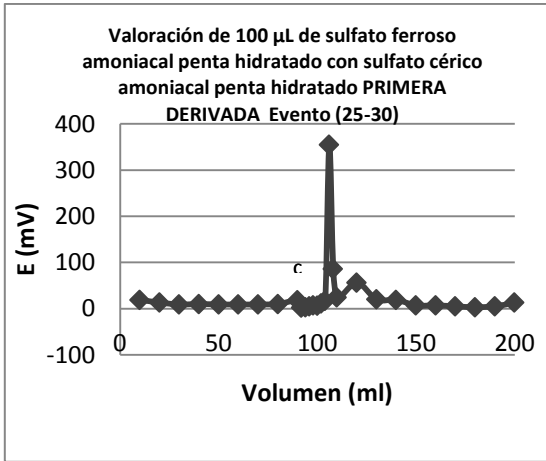
- Primera Derivada Ultramicrovaloración (30 repeticiones)



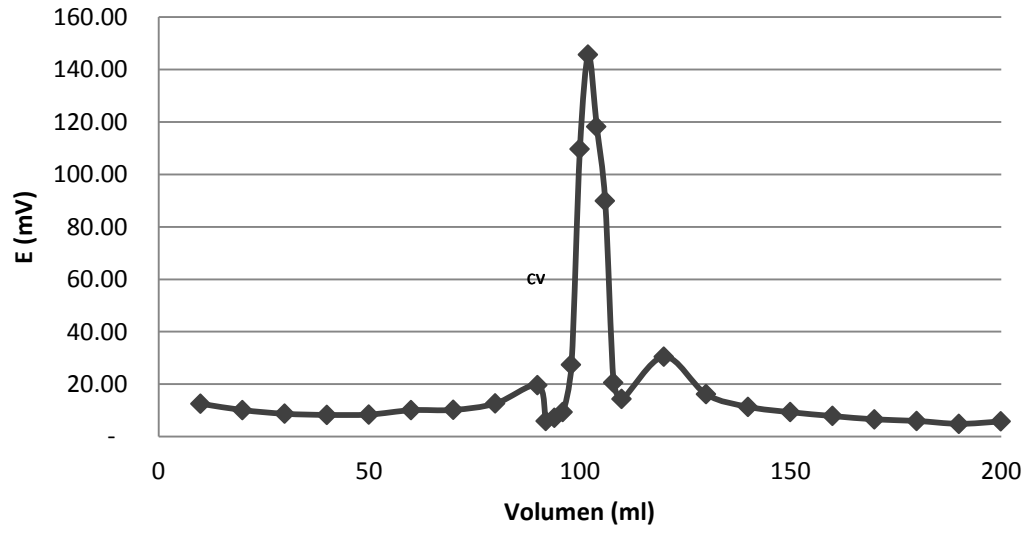








Valoración de 100 μ L de sulfato ferroso amoniacal penta hidratado con sulfato cérico amoniacal penta hidratado PRIMERA DERIVADA Evento (Promedio)



IMÁGENES



Figura 7. Punta de 200µL



Figura 8. Punta de 5mL



Figura 9. Micro bureta Eppendorf punta de 5mL



Figura 10. Micro bureta Eppendorf con punta de 5mL

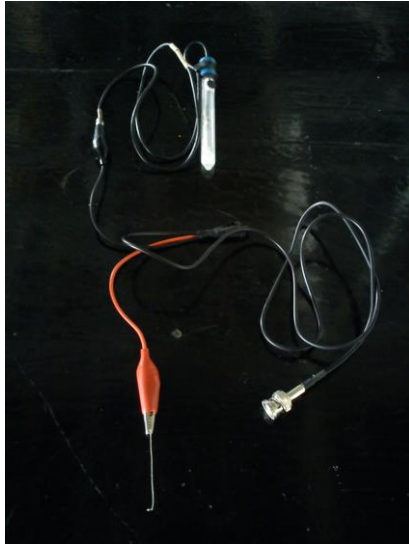


Figura 11. Cable coaxial y electrodo de referencia de platino



Figura 12. Electrodo combinado

IMGENES COMPARATIVAS



Figura 13. Comparativo de recipientes para alícuota de valoraciones Macro y Ultra micro.

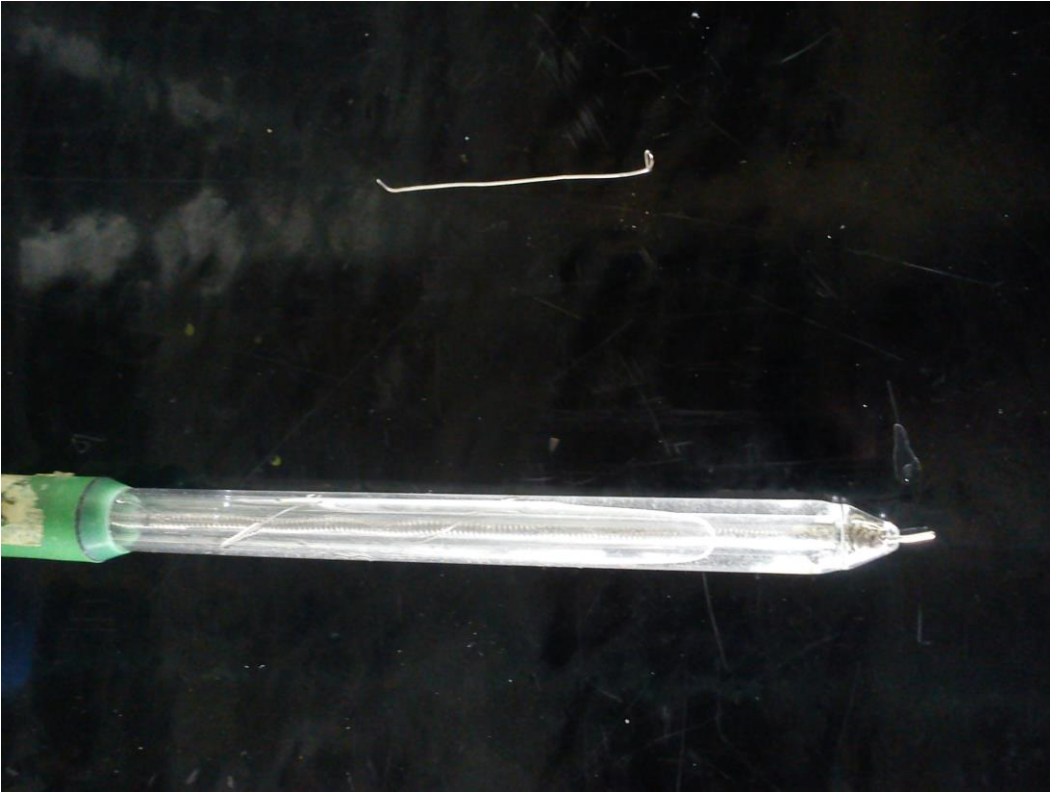


Figura 14. Comparativo de Electrodo utilizados para valoraciones Macro y Ultra micro.

BIBLIOGRAFÍA

1. Brunatti Carlos y Hernán de Napoli, *Métodos Potenciométrico*, s.l., s.e., s.a., s.p.
2. Day R.A., *Química Analítica Cuantitativa*, México, Ed. Prentice Hall, quinta edición, 1989, páginas totales.
3. Harris C. Daniel, *Análisis Químico Cuantitativo*, España, Editorial Reverté, 2001, pp 495-497, paginas totales
4. Latinen Herbert, *Análisis Químico*, Barcelona, Ed. Reverté, 1982, pp. Páginas totales.
5. Orozco D. Fernando, *Análisis Químico Cuantitativo*, México DF, Porrúa, 20a. Edición, s.a. pp. 369-372. Poner páginas totales 200 pp.
6. Pérez Saavedra J de J, Sonia Rincón Arce, Cesar Hernández C., C.G Romero, "Potenciometria de oxidorreducción a microescala en docencia" en *Tec. en Marcha*, aceptado para su publicación, México, s.e., nº 24-2, (2011), s.p.
7. Rincón Arce, Sonia y José de Jesús Pérez Saavedra, "Potenciometria con volúmenes a microescala en educación", *Revista Educación Química*, Segunda Época, 14 (3), pp. 148-151.
8. S.A., *Manejo de residuos*, en (DE 23 de septiembre de de 2013, en <http://www.itson.mx/laboratorios/manejoderesiduosseguridad.htm>, visitada por última vez el 10 de septiembre de 2009.
9. Valencia Ahedo Yazmin Ivette, *Ultramicrovaloración (UVM) Potenciométrica de Sulfato Ferroso Amoniacal com 3 diferentes sistemas oxidantes*, s.l., s.e., Junio 2007, s.p.
10. Vogel I. Arthur, *Química Analítica Cuantitativa*, Buenos Aires, Editorial Kapelusz, Volumen II, Segunda Edición, s.a. pp 1023-1025. Paginas totales.
11. VV. AA., *Annual Book of ASTM Standard; Section 6 Paints, related Coatings and Aromatics*, (CIUDAD, s.l.), (EDITORIAL s.e.), Volume 06.02, 1988, paginas totales