



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

Universidad Nacional Autónoma México

Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

MULTÍMETRO COMO SISTEMA INDICADOR ALTERNATIVO EN LAS VALORACIONES POTENCIOMÉTRICAS

TESIS

Que para obtener el título de:

Ingeniero Químico

PRESENTA

Miguel Ángel Cisneros Valladares

ASESOR

D. en C. José de Jesús Pérez Saavedra

COASESORA

Q. Sonia Rincón Arce



UNAM
CUAUTILÁN

Cuautitlán Izcalli Edo. De México 2015



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

DEDICATORIA

A mi madre. Yolanda Valladares Salgado, la persona más importante en mi vida, que gracias a tu fortaleza, integridad, cariño, bondad, entre tantas otras cosas maravillosas que posees, has logrado que yo esté aquí cumpliendo mis metas. Eres simplemente una mujer admirable, te amo mamá.

A mis abuelitos. Anita Salgado y Palemón Valladares (†) por su apoyo, amor y sobre todo por sus enseñanzas, por sus consejos que han sido de gran ayuda para mi vida y crecimiento.

A mis hermanos. Ana y José Alfredo, porque siempre han estado a mi lado confiando en mí, pero sobre todo agradezco los bonitos momentos que pasamos juntos. Los quiero hermanos.

A sobrino. Por tus grandes manifestaciones de afecto, has logrado ser un motivo más en mi vida para salir adelante. Te amo Sebastián.

A Lizeth. Mi novia hermosa, por tu amor, motivación, ayuda y apoyo incondicional en la realización de este proyecto. Sabes que te amo. Gracias por haber llegado a mi vida.

AGRADECIMIENTOS

A mi tío Dr. Adán Valladares y a mis primos. Por formar parte importante, cuando retome mis estudios, siempre me impulsaron y apoyaron de todas las formas posibles para alcanzar mis metas, es para mí un ejemplo a seguir, una persona admirable.

A mi familia tíos, tías, primos, primas, sobrinos, sobrinas. Por su presencia, entusiasmo, por brindarme las fuerzas y su apoyo en todo momento.

A mi máxima casa de estudios, Universidad Nacional Autónoma de México, es un orgullo y un privilegio pertenecer a esta gran institución.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán. Por abrirme sus puertas e impulsar siempre mi desarrollo no solo profesional sino también humano, logrando hacer de mí una persona íntegra.

A mis asesores José de Jesús Pérez Saavedra y Sonia Rincón Arce. Por todo el apoyo y facilidades que me brindaron para el desarrollo de este trabajo pero sobre todo por su comprensión y amistad. Sin ustedes hoy no estaría aquí escribiendo estas líneas, son para mí un ejemplo. Con mucho respeto, cariño y admiración.

A mis amigos: Marce, Marisol, Anita, Michel, Gris, Mauricio, Edgar, Marco, Jorge. A todos ustedes les agradezco su amistad y el apoyo que me han brindado siempre que lo necesito, espero que sean muchísimos años más disfrutando de su compañía.

A mis amigos IQ 36. Con los que conviví mucho durante la realización de este proyecto, gracias por hacer mi estancia más amena, divertida y sobre todo gracias por su amistad.

A mis maestros. A todos y cada uno de ellos que me apoyo e impulso, compartiendo sus conocimientos y enseñanzas para lograr este objetivo.

A PAPIME. Gracias al proyecto PAPIME dirigido por el Maestro José de Jesús Pérez Saavedra por permitirme colaborar en su desarrollo, esperando que mi trabajo sea de utilidad para todos los involucrados.

Al señor Drauri Jiménez Celi: Responsable del taller de vidrio de la FES-C Campo 1, por el apoyo brindando en el abastecimiento del material requerido para la realización de esta tesis.

Índice

Resumen.....	1
Introducción.....	1
Objetivos.....	2
Antecedentes.....	2
Generalidades y aspectos teóricos.....	4
Equipo utilizado para medir diferencia de potencial.....	6
Procedimiento experimental.....	12
Estadística.....	17
Resultados y análisis de resultados.....	21
I. Oxido reducción.....	21
II. Halogenuros.....	23
• Cloruros.....	24
• Bromuros.....	27
• Yoduros.....	30
• Los tres halogenuros en la misma solución.....	33
III. Complejometría.....	36
IV. Ácido-Base.....	38
Conclusión.....	42
Bibliografía.....	43
Anexo 1.....	45
Anexo 2.....	46

MULTÍMETRO COMO SISTEMA INDICADOR ALTERNATIVO EN LAS VALORACIONES POTENCIOMETRICAS

RESUMEN

En el presente trabajo, experimentalmente se demuestra, mediante la prueba estadística de t de Student, que las valoraciones potenciométricas usuales en química analítica, (ácido-base, redox, complejométricas y de halógenos), pueden llevarse a cabo utilizando como sistema indicador de fin de valoración, un multímetro en lugar del potenciómetro. Posibilitando con esto, que los laboratorios de docencia, se puedan equipar a bajo costo con multímetros en sustituyendo los potenciómetros convencionales.

INTRODUCCIÓN

Todas las carreras del área de química, encuentran en el laboratorio, la comprobación de lo que se les enseña en el pizarrón, esta situación, además de ser una afirmación de la vocación del estudiante, con la realidad de su carrera, fundamenta y apoya los modelos de trabajo teóricos.

Desafortunadamente el trabajo experimental es caro, ya que en muchos casos, es necesario utilizar instrumentos de medida.

En los laboratorios de química analítica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, unidad multidisciplinaria de la Universidad Nacional Autónoma de México, una de las metodologías instrumentales de uso más común, es la potenciometría, que es una instrumentación analítica amigable, “de bajo costo” comparada con métodos tales como absorción atómica, cromatografía de gases o de líquidos, espectrofotometría, UV-visible entre otros.

Por las razones antes mencionadas y aun siendo una alternativa económica para la cuantificación, se puede hacer una comparación basada en el costo beneficio. Cada potenciómetro tiene un valor aproximadamente 700 dólares, comparado con un multímetro que su precio ronda los 80 dólares. Si se presenta una alternativa

para sustituir dichos potenciómetros, por instrumentos de mayor duración y bajo costo, se tendrá plenitud en cubrir el trabajo experimental en los laboratorios de química analítica. Esto es lo que se pretende lograr con el presente desarrollo experimental, en donde se demuestra estadísticamente, que se obtienen los mismos resultados utilizando un multímetro en lugar del potenciómetro convencional.

OBJETIVOS.

OBJETIVO GENERAL.

Mediante valoraciones convencionales utilizadas en química analítica (ácido-base, redox, complejométricas y de halógenos), se comprobará, a través de la prueba estadística de t de Student, que es equivalente utilizar un multímetro que un potenciómetro como instrumento de detección del volumen del punto de equivalencia, con el fin de sustituir en labores docentes, el potenciómetro, por el multímetro.

OBJETIVOS PARTICULARES

- a) Proponer una metodología alternativa al uso del potenciómetro para microvaloraciones, de halógenos, ácido - base, complejométricas y de óxido – reducción, con la finalidad de reducir los costos del equipo sin perder información
- b) Contribuir a la disminución de la contaminación ambiental mediante la implementación de una metodología experimental, microanálisis, que permita reducir la cantidad de residuos tóxicos generados en el laboratorio de Química Analítica.

ANTECEDENTES

En el año 2003, en la sección de Química Analítica de la FES Cuautitlán, se implementó la metodología para microvaloraciones potenciométricas descrita en el artículo publicado el mismo año, (Rincón Arce Sonia y Pérez Saavedra José de Jesús. (2003). Potenciometría con volúmenes a microescala en educación. Revista Educación Química. ISSN 0187-893-X, Segunda Época, 14 (3), 148-151.

Con la finalidad de disminuir costos y desechos en los laboratorios, inicialmente las actividades se desarrollaron con un grupo piloto siendo hoy en día una parte formal de la enseñanza en dichos laboratorios.

Asimismo, se han desarrollado y publicado otros artículos, ejemplo; Pérez Saavedra José de Jesús; Sonia Rincón Arce. (2011). Potenciometría de óxido reducción a microescala en docencia. Tecnología en marcha vol. 24 No. 2, 44-52. En los cuales las microvaloraciones potenciométricas, son seguidas con multímetro como sistema indicador alternativo de fin de valoración sustituyendo a los potenciómetros.

En el artículo “Análisis instrumental a microescala para la docencia”, se demostró experimentalmente que es posible acceder a la enseñanza experimental de la química analítica en condiciones de microescala total con materiales de bajo costo obteniendo buenos resultados. (Baeza, 2003)

“Determinación potenciométrica de plata y vitamina B1, usando un electrodo selectivo de iones (ESI), de membrana líquida polimérica”, En este trabajo se comprobó que es posible utilizar los electrodos construidos como electrodos indicadores para la determinación de Ag^+ en disolución patrón, así como electrodos indicadores para la determinación vitamina B1 en tabletas de vitamina B1, utilizando multímetro como sistema indicador. (Arada P., León D., Pacheco R., Landazury Y., Fernández H., 2012)

En el presente trabajo se retoman las microvaloraciones potenciométricas. y se hace una comparación estadística de los resultados obtenidos con microvaloraciones utilizando como sistema indicador de fin de valoración un multímetro el cual proporciona resultados equivalentes a los obtenidos empleando el potenciómetro como sistema indicador de fin de valoración, teniendo además la ventaja de disminuir los costos de la instrumentación sin tener pérdida de información, pues el multímetro tiene un costo aproximado de novecientos pesos mientras que el precio de un potenciómetro oscila alrededor de los diez mil pesos.

GENERALIDADES Y ASPECTOS TEORICOS

Se conoce como microanálisis químico o química a microescala a la técnica de análisis químico que se realiza con volúmenes muy pequeños de muestra y que obtiene resultados equivalentes a los análisis de muestras con volúmenes grandes (microanálisis o análisis químico convencional).

El microanálisis químico es una alternativa, para poder hacer tanto análisis cuantitativo como cualitativo, con cantidades mínimas de muestra y con la gran ventaja de disminuir al máximo el gasto de reactivos y la generación de residuos contaminantes al medio ambiente además de minimizar el contacto de reactivos con el analista. De manera muy concreta el microanálisis químico consiste en hacer lo mismo con menos.

Un análisis volumétrico es cualquier procedimiento basado en la medida del volumen de reactivo necesario para que reaccione estequiométricamente el analito. En una valoración se añaden a los analitos incrementos de la disolución del reactivo valorante hasta que la reacción alcance el punto estequiométrico o punto de equivalencia. A partir de la cantidad de valorante gastada, se puede determinar la cantidad de analito que debería haber en la muestra. El analito generalmente se añade de una bureta.

Los principales requisitos de una reacción para que sirva de base a una valoración son que tenga una constante de equilibrio grande y que transcurra rápidamente. Es decir, cada nuevo incremento de valorante debe consumirse completa y rápidamente por el analito hasta su total agotamiento. Las valoraciones más comunes están basadas en reacciones ácido-base, oxidación-reducción, formación de complejos y precipitación.

El punto de equivalencia es el punto en que la cantidad de valorante añadida es exactamente la necesaria para que reaccione estequiométricamente con el analito. El punto de equivalencia es el resultado ideal (teórico) que se busca en una valoración. Lo que en realidad medimos es el punto final, que lo indica un brusco cambio de una propiedad física de la disolución. Entre los métodos para determinar cuándo ha sido consumido el analito se pueden citar:

(1) Detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos; (2) observar un cambio de color del indicador y (3) seguimiento de la absorción de la luz. En el caso más simple el analito es una especie electroactiva que forma parte de una celda galvánica. Una especie electroactiva es una especie que puede ceder o aceptar electrones de un electrodo. Se puede convertir una disolución problema en una semicelda introduciendo en su seno un electrodo, como un hilo de platino, para transferir electrones a, o desde un analito. Puesto que el electrodo responde al analito, el electrodo se llama electrodo indicador. Se conecta esta semicelda a una segunda semicelda a través de un puente salino. La segunda semicelda tiene una composición fija, y por tanto tiene un potencial constante. Puesto que su potencial es constante, la segunda semicelda se llama electrodo de referencia. El voltaje de la celda es la diferencia entre el potencial variable de la semicelda del analito y el potencial constante del electrodo de referencia.

Una volumetría potenciométrica se realiza midiendo y anotando el potencial de la celda después de cada adición de reactivo. Al principio, la disolución valorante se agrega en incrementos relativamente grandes, cuando se acerca el punto final (el cual viene indicado por el hecho de que se hacen mayores las variaciones de potencial en cada adición), se disminuyen los incrementos de volumen que se agregan.

Existen razones que aconsejan hacer adiciones pequeñas e iguales alrededor del punto de equivalencia. Generalmente la valoración se prosigue hasta más allá de este punto con la finalidad de elaborar un gráfico que permita observar perfectamente el inicio y final del salto. Hay que dejar el tiempo suficiente para que el electrodo alcance el potencial de equilibrio después de cada adición de reactivo valorante.

Dos electrodos comúnmente utilizados que satisfacen estos requisitos son el electrodo de Calomel y el electrodo de Plata-Cloruro de plata.

Los métodos potenciométricos permiten analizar fácilmente la mayoría de las muestras líquidas y gaseosas con muy poca preparación, por su parte, las muestras sólidas se pueden analizar si es posible prepararlas en forma de disolución; los sólidos orgánicos que no se disuelven fácilmente como alimentos,

vegetales y productos farmacéuticos se deben calcinar primero, y luego extraer los iones empleando un disolvente adecuado. Existe un número limitado de iones para los cuales existe un electrodo selectivo, además para obtener un análisis cuantitativo preciso es necesario proporcionar una calibración frecuente a los electrodos. El tiempo requerido para el análisis varía según el electrodo usado, el analito determinado y la concentración del mismo. Un electrodo de respuesta rápida, tal como el electrodo de pH, se puede calibrar y usar para determinar el pH de una muestra en 1 minuto o menos. Durante el análisis se debe tomar en cuenta la influencia de los electrolitos presentes en la muestra sobre el potencial de unión y la presencia de especies que pueden arruinar la superficie activa del electrodo. Dentro de la potenciometría son utilizados comúnmente dos tipos de instrumentos para la medición de voltaje, que son el potenciómetro y el voltímetro electrónico. Ambos son capaces de medir el voltaje cuando sus valores de resistencia interna son suficientemente grandes como para que sean usados con diversos electrodos. Dado esto es posible determinar potenciales de equilibrios de celda, solo si las mediciones se hacen sin extraer una corriente apreciable de ella. Solamente se puede obtener un valor significativo del potencial de equilibrio si la medición se hace sin que circule corriente o circulando una corriente despreciable.

EQUIPO UTILIZADO PARA MEDIR DIFERENCIAS DE POTENCIAL

Dentro de la potenciometría son utilizados comúnmente dos tipos de instrumentos para la medición de voltaje, que son el potenciómetro y el voltímetro electrónico. Ambos son capaces de medir el voltaje cuando sus valores de resistencia interna son suficientemente grandes como para que sean usados con diversos electrodos. El diseño del potenciómetro, es el de un instrumento a cero (dispositivo que se utiliza para determinar cuándo es cero la magnitud a la cual es sensible el aparato) que utiliza un galvanómetro de bobina móvil como detector de equilibrio. El galvanómetro es un instrumento sensible que puede detectar el paso de corriente. (A. Skoog, 1986)

POTENCIOMETRO.

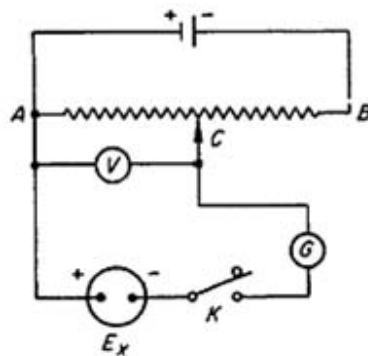
El potenciómetro se usa ampliamente en dos formas: en la clásica, en la que está equipado con un galvanómetro común como detector, y en la forma potenciométrica del medidor de pH.

Para ilustrar la operación de un potenciómetro en el esquema 1. Se muestra el diagrama de un circuito para el potenciómetro simple que permite la medición de la fuerza electromotriz (f.e.m.), de las pilas galvánicas sin paso apreciable de corriente.

Consta de un divisor de voltaje alimentado por una batería cuya f.e.m. es mayor (como mínimo igual) que la f.e.m. a medir.

La pila galvánica se conecta en A y C en oposición con la batería. En serie con la pila se dispone de un interruptor K que permite cerrar momentáneamente el circuito y de galvanómetro G que sirve para detectar el paso de la corriente. El voltímetro de corriente continua V mide la caída de potencial entre A y C.

Ahora bien, si el potencial aplicado al divisor de voltaje entre A y C, E_{AC} es mayor que el de la pila galvánica, E_x , ello obligará a los electrones a circular de derecha a izquierda por la pila cuando cierre K. por el contrario si E_{AC} es menor que E_x el flujo de electrones tendrá lugar en sentido contrario. Finalmente cuando E_{AC} sea igual a E_x , entonces no circulará corriente por el circuito que contiene G, K y la pila galvánica.



Esquema 1: Diagrama de un potenciómetro simple

Un potenciómetro de laboratorio típico utilizado para medir un potencial desconocido V_x por comparación con un potencial de referencia V_s . Este último consiste generalmente en una celda de Weston de referencia. Estos se utilizan

para alcanzar la máxima precisión en las mediciones de potenciales. (A. Skoog, 1986).

CONEXIÓN DEL POTENCIÓMETRO.

En el potenciómetro, el terminal positivo es el borne más ancho donde se conecta el electrodo de vidrio. El terminal negativo es el borne estrecho donde se conecta el electrodo de referencia. Su conexión es tipo BNC el cable interior es la entrada positiva y el exterior (coraza) es la entrada negativa, como se ilustra en el esquema 2.

Para la realización de las valoraciones potenciométricas a nivel microescala se hace uso de un cable con entrada BNC hacia el potenciómetro y salida a un par de caimanes para conectarse a cada electrodo (indicador y referencia) siendo ésta la adaptación de cables puente sobre conexión BNC basada en la hecha por el grupo de investigación de la sección de Química Analítica de la FESC (Rincón y Perez, 2010).



Esquema 2 Conector BNC con salida caiman-caiman

PRECISION Y EXACTITUD DEL POTENCIÓMETRO

La precisión de una medida de voltaje con un potenciómetro equipado con un divisor lineal e voltaje lineal depende de diversos factores. Si el voltaje de la batería de trabajo permanece constante durante el tiempo necesario para equilibrar el instrumento contra la celda de referencia y medir el potencial de la celda desconocida. También contribuye a la precisión del potenciómetro la linealidad de la resistencia así como la precisión con que se estiman las distancias

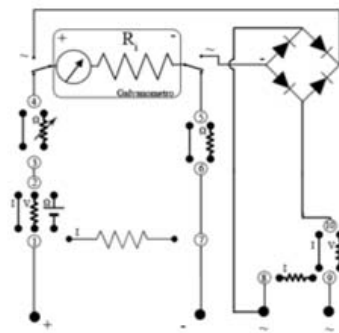
a lo largo del curso. Sin embargo la precisión final de un instrumento de buena calidad está dada por la sensibilidad del galvanómetro en relación con la resistencia del circuito.

La exactitud de los potenciómetros depende de cuatro factores:

1. La sensibilidad de la proporción de la resistencia total con la parte derivada que depende de la estabilidad del tiempo de las resistencias y de las similitudes de las características de la resistencia de las diferentes partes.
2. La sensibilidad del galvanómetro así como la exactitud del ajuste de la resistencia variable.
3. La constancia del voltaje de la celda modelo, que es una función del tiempo y su temperatura.
4. La consistencia de la f.e.m. de la batería durante el periodo de medición. Si la batería tiene menos de un año el voltaje variable no constituye un problema.

La sensibilidad de una medida potenciométrica disminuye a medida que la resistencia eléctrica de la celda aumenta. De hecho, los potenciales de celdas con resistencias mucho mayores que $1\text{ M}\Omega$ no pueden medirse con precisión por medio de un potenciómetro en el cual el dispositivo detector de corriente es un galvanómetro. (A. Skoog 1986).

MULTIMETRO.



Esquema 4. Circuito Eléctrico del multímetro

El multímetro es un instrumento eléctrico portátil que sirve para medir directamente magnitudes eléctricas activas como corrientes y potenciales o pasivas como resistencias, capacidades y otras.

Es un aparato muy versátil, que se basa en la utilización de un instrumento de medida, un galvanómetro muy sensible que se emplea para todas las determinaciones.

El multímetro opera como voltímetro, amperímetro y óhmetro. Para poder medir cada una de las magnitudes eléctricas, el galvanómetro debe completar con un determinado circuito eléctrico, que dependerá también de dos características del galvanómetro: la resistencia interna y la inversa de la sensibilidad. Esta última es la intensidad que, aplicada directamente a los bornes del galvanómetro hace que la aguja llegue al fondo de la escala como se ilustra en el esquema 3.

CONEXIÓN DEL MULTIMETRO.



Esquema 3. Conexión de los electrodos en los bornes del multímetro para realizar las valoraciones

Para que un multímetro trabaje como voltímetro es preciso conectar una resistencia en serie con el instrumento de medida. El valor en voltios depende de la señal que se quiere alcanzar cuando la aguja alcance el fondo de la escala. El multímetro tendrá tantas resistencias, como valores diferentes de fondos de escala como se quieran tener. Por ejemplo, en el caso de requerir 10 voltios, 20 voltios, 50 voltios y 200 voltios, existirán cuatro resistencias diferentes.

El voltímetro se conecta en paralelo en los puntos del circuito donde se desea medir el voltaje. El voltímetro mide la diferencia de potencial entre dos puntos mediante las dos puntas de prueba (cables de conexión). El polímetro está dotado de una pila interna para poder medir las magnitudes pasivas. También posee un ajuste de cero necesario para la medida de resistencias.

Habitualmente, los polímetros analógicos poseen cuatro bornes (aunque también existen de dos), uno que es el común, otro para medir tensiones y resistencias, otro para medir intensidades y otro para medir intensidades. (Tenorio, 2013)

PRECISIÓN Y EXACTITUD DEL MULTÍMETRO.

Un buen multímetro debe tener una gran resistencia de tal modo que no afecte el circuito que va a medir.

Factores en favor de la precisión y exactitud:

- 1) Sensible a la polaridad: cuando se usa la función voltímetro, las bornes pueden conectarse en polaridad revertida sin que afecte la exactitud de la medición o que el instrumento se dañe. El instrumento indicara esta polaridad invertida colocando un signo (-) a la izquierda del display.
- 2) Durabilidad: la mayoría de los multímetros digitales tienen alta resistencia a los fuertes choques eléctricos de altos voltajes sin sufrir ningún deterioro.
- 3) Batería: las baterías pueden durar más de 200 horas de servicio.

Debido a la alta resistencia interna de la mayoría de los multímetros digitales, la exactitud del instrumento es mucho mayor. Puesto que la mayoría tienen al menos 10 mega Ohms en su resistencia interior, su efecto en el voltaje del circuito sujeto a revisión es insignificante.

Para que un voltímetro sea preciso, debe tomar una corriente insignificante del circuito y esto se obtiene mediante alta resistencia. Los voltímetros digitales tienen una resistencia de entrada muy elevada. En consecuencia su efecto es mínimo en la mayor parte de los circuitos y sus lecturas son muy confiables. La precisión

típica de los medidores digitales es una parte en 10^4 Ohms (igual al 0.01 %) o mejor.

La sensibilidad de un instrumento se determina por la intensidad de corriente necesaria para producir una desviación completa de la aguja indicadora a través de la escala. Se expresa en cierta cantidad de Ohms por volt. La cual indica cuantos Ohms de resistencia representa el medidor por cada volt de lectura a máxima escala. Por ejemplo un instrumento con una resistencia interna de 300,000 ohm y una escala para un máximo de 300 volts, tendrá una sensibilidad de 1000 ohm/volt. Para trabajo general, los voltímetros deben tener mínimo 1000 Ω/V . (Giancoli, 2002).

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

El montaje experimental utilizado en todas las valoraciones mencionadas en este trabajo, se presenta en la figura 1, como se puede observar, el aforo de la bureta (bureta con capacidad de 5 mL clase A con una graduación mínima de 0.01 mL. y una tolerancia de ± 0.01 mL) se realizó acoplando un catéter para insulina a la punta de la bureta y el aforo se considera hasta la punta de salida del catéter, el cual se sumerge dentro del seno de la solución. El volumen agregado se mide al disminuir el nivel del líquido en la bureta.

1. Oxido-Reducción: Se vertieron alícuotas de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal (SFA) 0.1M, en un vaso de fondo cóncavo donde se sumergieron los electrodos de platino, uno conectado al potenciometro y el otro al multímetro. La valoración se realizó con sulfato cérico amoniacal (SCA) 0.1M. Utilizando una bureta de 10 mL, añadiendo volúmenes de 0.25 mL como se muestra en la figura 1. Se tomaron los respectivos datos y se graficaron.

2. Halogenuros: Se vertieron alícuotas de 5 mL de cloruro de potasio (KCl), bromuro de potasio (KBr) y yoduro de potasio (KI) 0.01M, las cuales se valoraron, cada uno por separado, con nitrato de plata (AgNO_3) 0.02M. El montaje experimental se muestra en la figura 2 La valoración se realizó con una bureta de 10 mL añadiéndose volúmenes de 0.25 mL. Se tomaron los respectivos datos y se graficaron.

3. Complejos: Se preparó una disolución de sulfato ferroso amoniacal (SFA) y sulfato férrico ($\text{Fe}_2 (\text{SO}_4)_3$) 0.2M y 0.1M en ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 5 %. Se tomaron, con una pipeta volumétrica, diez alícuotas de 5 mL de la disolución que contenía la mezcla, y cada una de las alícuotas se valoraron con ácido etildiaminotetraacético (EDTA) 0.1 M, el montaje experimental fue equivalente al utilizado en la valoración de óxido-reducción.

4. Ácido-Base: Se tomaron, con una pipeta volumétrica, diez alícuotas de 5 mL de disolución de ácido nítrico (HNO_3) 0.01M se valoraron con hidróxido de sodio (NaOH) 0.01 M. El montaje experimental fue similar al de la valoración de halogenuros, con la diferencia de que a un potenciómetro se conectó el electrodo combinado de vidrio y el otro a un electrodo posai-posai (ver anexo 1) separado por puente de agar. La titulación se comenzó adicionando volúmenes de 0.25 mL. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando tanto un potenciómetro como un multímetro y se graficaron.

Figura 1. Esquema del montaje utilizado en las valoraciones redox y complejométricas durante la experimentación.

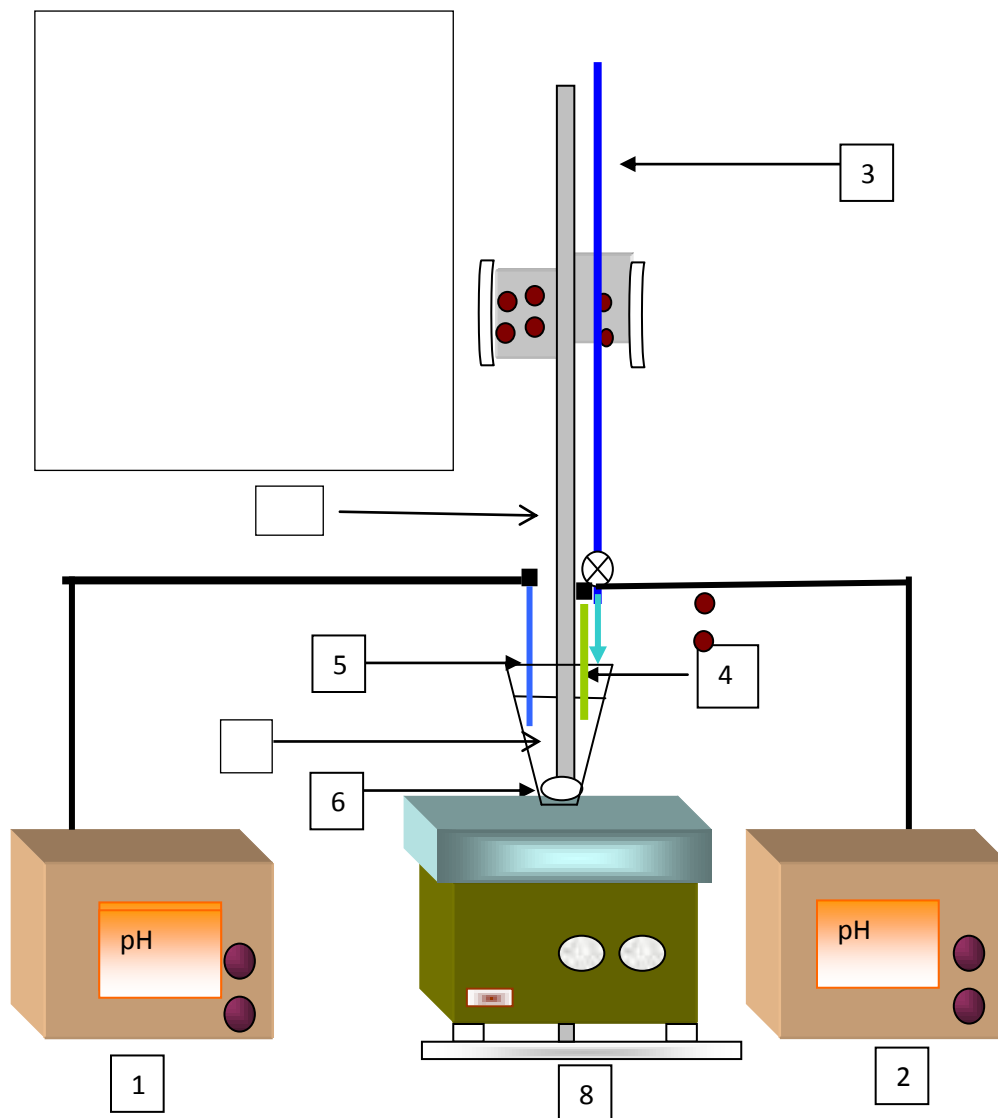


Figura 2. Esquema del montaje utilizado en las valoraciones ácido-base y halogenuros durante la experimentación-

- 1 y 5. Electrodo indicadores.
- 2 y 4. Electrodo de referencia.
- 3. Puente de agar
- 6. Bureta
- 7. Agitador magnético
- 8. Potenciómetros
- 9. Barra magnética
- 10. Multímetro
- 11. Disolución por valorar
- 12. Disolución de referencia

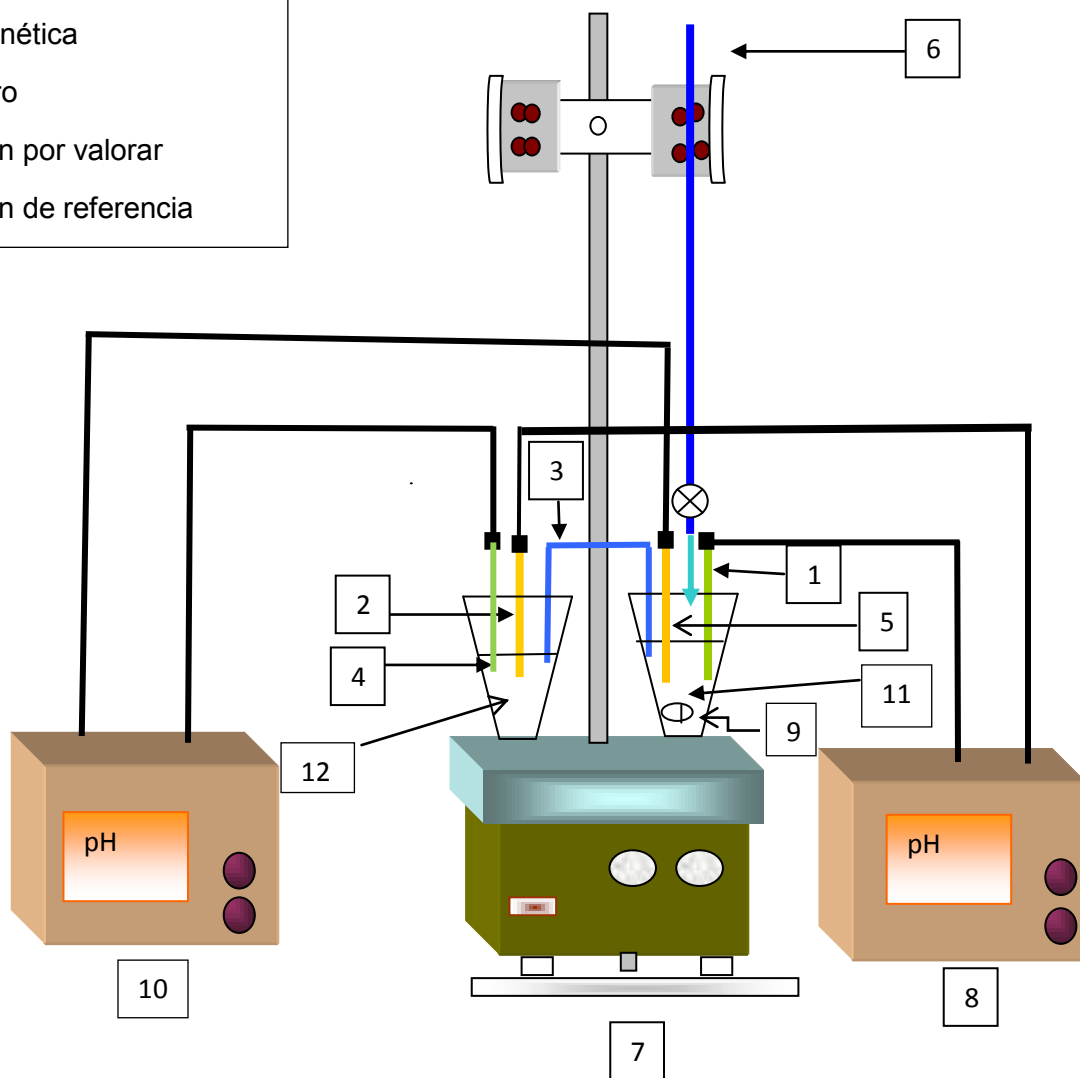
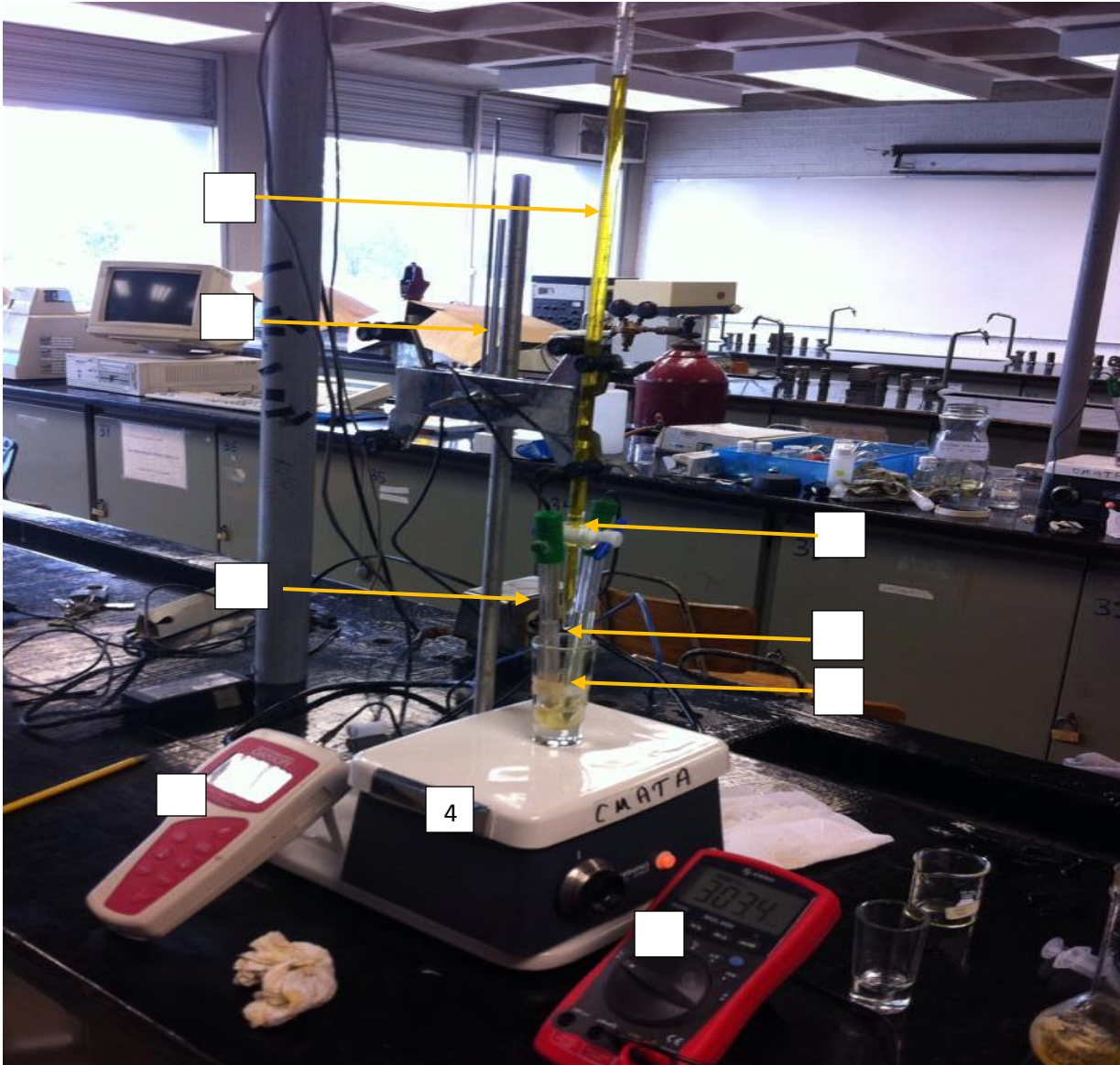


Figura 3. Imagen del montaje experimental en el laboratorio.



- 1.- Electrodo indicador
- 2.- Disolución a valorar: (ácido, halogenuros, complejos, redox)
- 3.- Potenciómetro Oakton
- 4.- Agitador magnético
- 5.- Multímetro radio shak
- 6.- Barra magnética
- 7.- Bureta de 10 ml
- 8.- Soporte universal
- 9.- Vaso tequilero

ESTADÍSTICA.

Para verificar que el método multimétrico sea tan válido como el potenciométrico, los resultados obtenidos se sometieron a un análisis estadístico de “Prueba de Hipótesis”, en el 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:

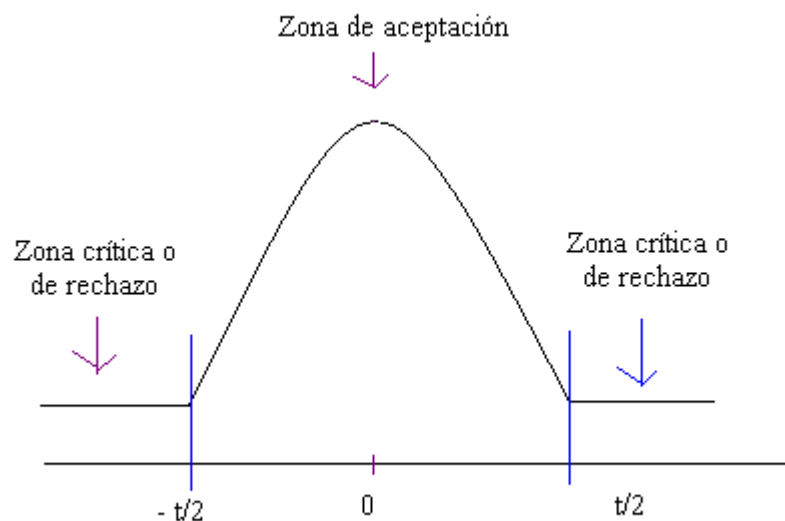
$$H_0: V_{\text{Poten.}} = V_{\text{Multi.}}$$

$$H_A: V_{\text{Poten.}} \neq V_{\text{Multi.}}$$

Donde V son los miligramos recuperados.

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

Figura 8.- 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.

Representación de la distribución “t” de Student.

- **Cálculo 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 medias poblacionales (multímetro y potenciómetro, (respectivamente)

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**

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

VARIANZA Y DESVIACION ESTANDAR.

La varianza y la desviación estándar son dos medidas de la variación muy utilizadas para tomar en cuenta como se distribuyen los datos. Estos estadísticos miden la dispersión promedio alrededor de la media, es decir, que tanto varían los valores más grandes que están por encima de ella y como se distribuyen los valores menores que están por debajo de ella.

La desviación estándar o desviación típica (denotada con el símbolo σ) es una medida de centralización o dispersión para variables de razón (ratio o cociente) y de intervalo, de gran utilidad en la estadística descriptiva.

Se define como la raíz cuadrada de la varianza. Junto con este valor, la desviación típica es una medida (cuadrática) que informa de la media de distancias que tienen los datos respecto de su media aritmética, expresada en las mismas unidades que la variable.

Para conocer con detalle un conjunto de datos, no basta con conocer las medidas de tendencia central, sino que necesitamos conocer también la desviación que presentan los datos en su distribución respecto de la media aritmética de dicha distribución, con objeto de tener una visión de los mismos más acorde con la realidad al momento de describirlos e interpretarlos para la toma de decisiones (Walpole, 1999).

EL ERROR.

Hay dos tipos de errores en el proceso de medida:

1. Errores sistemáticos. Tienen que ver con la metodología del proceso de medida (forma de realizar la medida):
 - Calibrado del aparato. Normalmente errores en la puesta a cero. En algunos casos errores de fabricación del aparato de medida que desplazan

la escala. Una forma de arreglar las medidas es valorando si el error es lineal o no y descontándolo en dicho caso de la medida.

- Error de paralaje: cuando un observador mira oblicuamente un indicador (aguja, superficie de un líquido) y la escala del aparato. Para tratar de evitarlo o, al menos disminuirlo, se debe mirar perpendicularmente la escala de medida del aparato.

2. Errores accidentales o aleatorios. Se producen por causas difíciles de controlar: momento de iniciar una medida de tiempo, colocación de la cinta métrica, etc. Habitualmente se distribuyen estadísticamente en torno a una medida que sería la correcta. Para evitarlo se deben tomar varias medidas de la experiencia y realizar un tratamiento estadístico de los resultados.

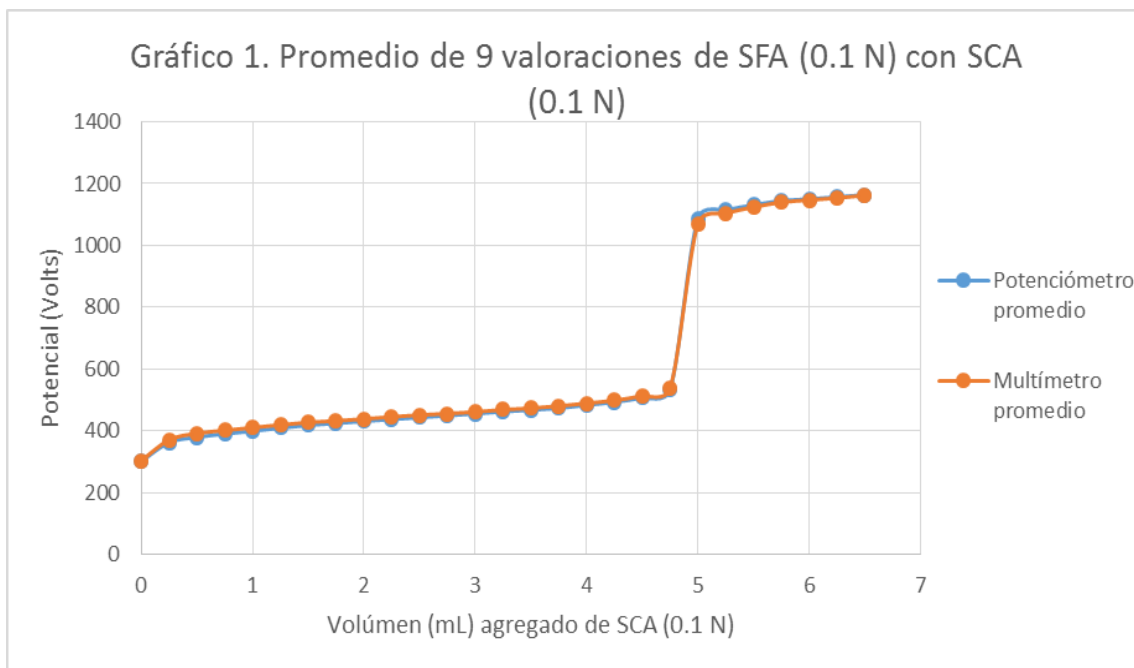
RESULTADOS Y ANALISIS DE RESULTADOS

I. ÓXIDO-REDUCCIÓN.

En la tabla I. se muestran los volúmenes de puntos de equivalencia (V.P.E.). De las 9 valoraciones de 5 mL de SFA (0.1 N) con SCA (0.1 N), obtenidos mediante un potenciómetro y un multímetro, en la gráfica 1 se muestran las valoraciones promedio obtenidas del potenciómetro y el multímetro, respectivamente.

TABLA I. Valores promedio de las valoraciones óxido-reducción.

# Evento	V.P.E. mL (potenciómetro)	V.P.E. mL (multímetro)
1	4.7500	4.7500
2	5.0000	5.0000
3	5.0000	5.0000
4	5.2500	5.2500
5	5.0000	5.0000
6	5.0000	5.0000
7	5.0000	5.0000
8	5.0000	5.0000
9	5.0000	5.0000
	V promedio mL 5.0000	V promedio mL 5.0000



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración óxido-reducción.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	657.4518	656.7629
2	603.5185	596.7814
3	605.3333	605.8259
4	597.4444	595.9111
5	607.9259	601.3925
6	609.1481	603.3925
7	626.2222	624.2259
8	624.0000	629.4962
9	614.0740	615.8296

Media	616.1242	614.4020
σ	18.0842	19.8028
σ^2	327.0415	392.1541

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con sulfato cerico amoniacal, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16	Grados de libertad	17.8374
Valor de "t" calculado	0.1926	Valor de "t" calculado	0.1926
Valor critico superior	2.5555	Valor critico superior	2.5667
Valor critico inferior	-2.5555	Valor critico inferior	-2.5667

Como se muestra en la tabla anterior, "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$-2.5555 < 0.1926 < 2.5555$$

$$-2.5667 < 0.1926 < 2.5667$$

Es decir que en la valoración de SFA con SCA, los potenciales promedio obtenidos empleando un multimetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio utilizando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual indica que es una metodología alternativa confiable.

II. HALOGENUROS

En esta parte se valoró cloruro de potasio (KCl), bromuro de potasio (KBr) y yoduro de potasio (KI) 0.01M, por último un sistema donde se incluyeron a las tres especies antes mencionadas, utilizando como valorante nitrato de plata ($AgNO_3$). Los resultados se muestran a continuación:

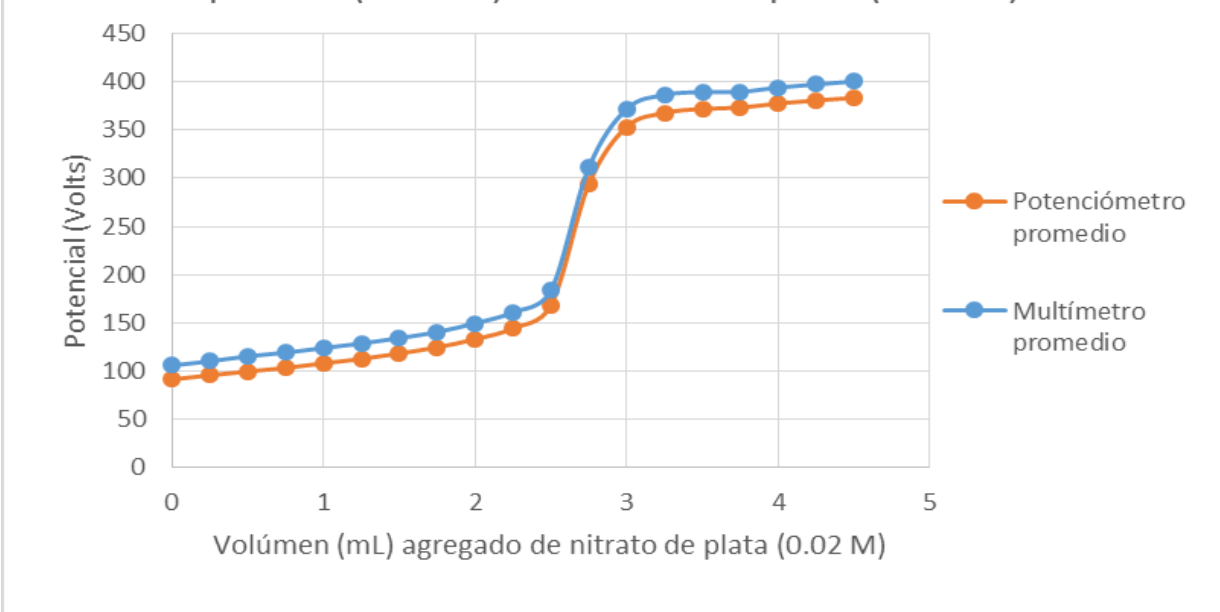
- **CLORUROS**

En la tabla II. Podemos observar los V.P.E. de las 9 valoraciones, de cloruro de potasio (0.01 M) con nitrato de plata (0.02 M). En la gráfica 2 se muestran las valoraciones promedio del potenciómetro y el multímetro, respectivamente.

TABLA II. Valores promedio de las valoraciones de iones cloruro.

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	2.7500	2.7500
2	2.7500	2.7500
3	3.0000	3.0000
4	3.0000	3.0000
5	3.0000	3.0000
6	2.7500	2.7500
7	2.7500	2.7500
8	2.7500	2.7500
9	2.7500	2.7500
	V promedio mL 2.8333	V promedio mL 2.8333

Gráfico 2. Promedio de 9 valoraciones de cloruro de potasio (0.01 M) con nitrito de plata (0.02 M)



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de cloruros.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	223.4263	234.3578
2	240.3333	221.7526
3	232.9736	213.9368
4	233.4736	216.5526
5	232.4842	213.0842
6	240.2947	221.8210
7	244.6947	226.2631
8	244.2631	223.7368
9	242.2222	221.3210

media	237.1233	221.4251
σ	7.0168	6.5733
σ^2	49.2367	43.2085

- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de cloruros corregido en 20 unidades.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	223.4263	254.3578
2	240.3333	241.7526
3	232.9736	233.9368
4	233.4736	236.5526
5	232.4842	233.0842
6	240.2947	241.8210
7	244.6947	246.2631
8	244.2631	243.7368
9	242.2222	241.3210

media	237.1233	241.4251
σ	7.0168	6.5733
σ^2	49.2367	43.2085

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de cloruro de potasio con nitrato de plata, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16.0000	Grados de libertad	17.9153
Valor de "t" calculado	-1.3422	Valor de "t" calculado	-1.3422
Valor critico superior	2.5888	Valor critico superior	2.5683
Valor critico inferior	-2.5888	Valor critico inferior	-2.5683

Como se muestra en la tabla anterior, “t” calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$- 2.5888 < -1.3422 < 2.5888$$

$$-2.5683 < -1.3422 < 2.5683$$

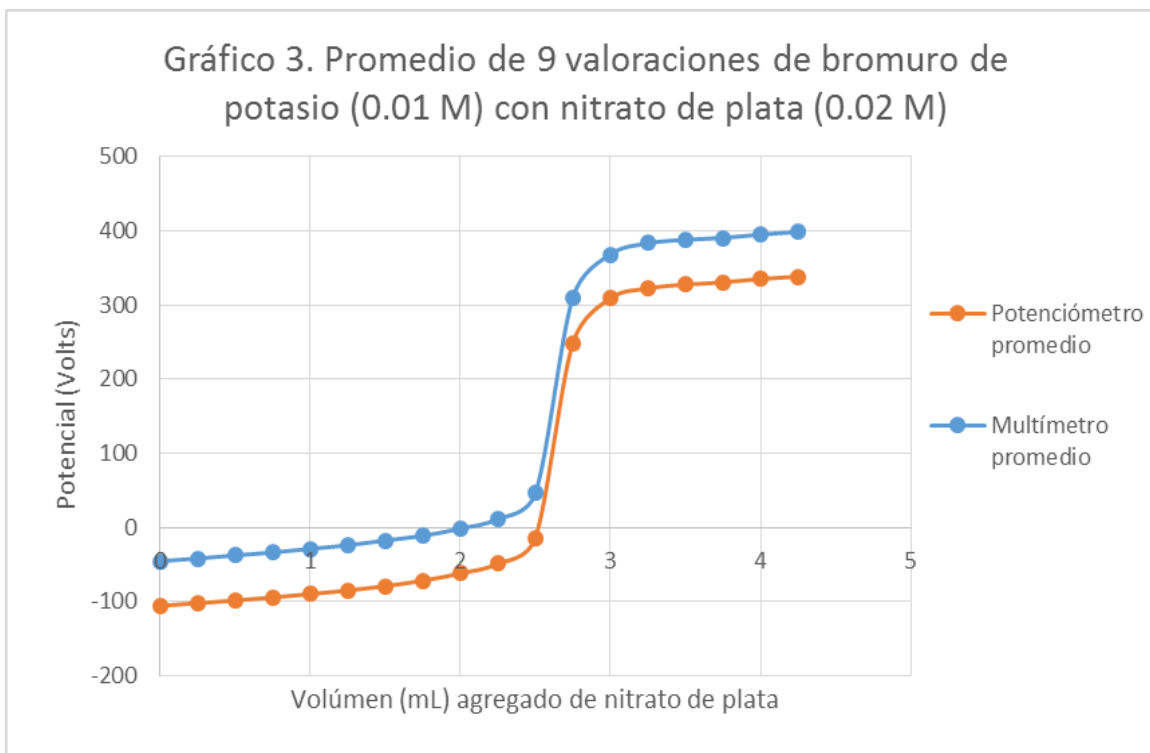
Es decir que en la valoración de cloruro de potasio con nitrato de plata, los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual indica que es una metodología alternativa confiable.

- **BROMUROS**

En la tabla III. Podemos observar los V.P.E. de las 9 valoraciones, de bromuro de potasio (0.01 M) con nitrato de plata (0.02 M) en la gráfica 3 se muestran las 9 valoraciones promedio del potenciómetro y el multímetro, respectivamente.

TABLA III. Valores promedio de las valoraciones con iones bromuro.

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	2.7500	2.7500
2	3.0000	3.0000
3	2.7500	2.7500
4	2.7500	2.7500
5	2.7500	2.7500
6	2.7500	2.7500
7	2.7500	2.7500
8	2.7500	2.7500
9	2.7500	2.7500
	V promedio mL 2.7777	V promedio mL 2.7777



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de bromuros.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	126.1611	149.6833
2	60.7055	129.9833
3	71.4555	143.0666
4	66.4611	137.5555
5	71.0166	143.7833
6	68.3555	128.6833
7	72.0166	131.3777
8	70.2833	128.2333
9	73.7944	133.6222

Media	75.5827	136.2209
σ	19.3547	7.7201
σ^2	374.6082	59.6007

- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro corregido en 50 unidades de la valoración de bromuros.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	176.1611	149.6833
2	110.7055	129.9833
3	121.4555	143.0666
4	116.4611	137.5555
5	121.0166	143.7833
6	118.3555	128.6833
7	122.0166	131.3777
8	120.2833	128.2333
9	123.7944	133.6222

media	125.5827	136.2209
σ	19.3547	7.7201
σ^2	374.6082	59.6007

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de bromuro de potasio con nitrato de plata, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16.0000	Grados de libertad	11.1034
Valor de "t" calculado	-1.5315	Valor de "t" calculado	-1.5315
Valor critico superior	2.5888	Valor critico superior	2.6841
Valor critico inferior	-2.5888	Valor critico inferior	-2.6841

Como se muestra en la tabla anterior, “t” calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$- 2.5888 < -1.5315 < 2.5888$$

$$-2.6638 < -1.5315 < 2.6638$$

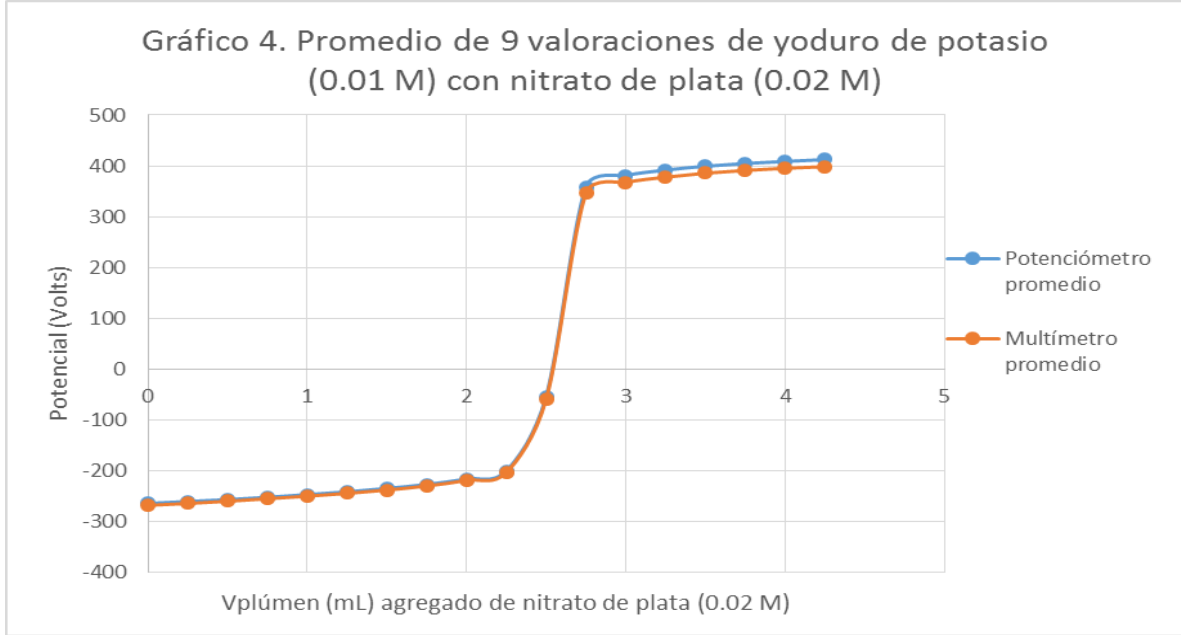
Es decir que en la valoración de cloruro de potasio con nitrato de plata, los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual comprueba que es una metodología alternativa confiable

- **YODUROS**

En la tabla IV. Podemos observar los puntos de equivalencia de las 9 valoraciones, de yoduro de potasio KI (0.01 M) con nitrato de plata (0.02 M). En la gráfica 4 se presentan las valoraciones promedio de potenciómetro y multímetro, respectivamente.

TABLA IV. Valores promedio de las valoraciones de iones yoduro.

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	2.7500	2.7500
2	2.7500	2.7500
3	2.7500	2.7500
4	2.7500	2.7500
5	2.7500	2.7500
6	2.5000	2.5000
7	2.7500	2.7500
8	2.7500	2.7500
9	2.5000	2.500
	V promedio mL 2.6944	V promedio mL 2.6944



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de yoduros.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	11.1515	7.3611
2	6.7111	2.9333
3	10.8388	5.6444
4	9.0111	3.6222
5	7.3833	1.1515
6	38.5777	30.6833
7	12.9333	6.0611
8	10.3777	1.7055
9	43.3055	30.0833

Media	16.6987	9.9160
$\bar{\sigma}$	13.9261	11.7806
$\bar{\sigma}^2$	193.9379	138.7825

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de yoduro de potasio con nitrato de plata, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16.0000	Grados de libertad	17.4651
Valor de "t" calculado	1.1155	Valor de "t" calculado	1.1155
Valor critico superior	2.5888	Valor critico superior	2.5746
Valor critico inferior	-2.5888	Valor critico inferior	-2.5746

Como se muestra en la tabla anterior, "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$- 2.5888 < 1.1155 < 2.5888$$

$$-2.5746 < 1.1155 < 2.5746$$

Es decir que en la valoración de yoduro de potasio con Nitrato de plata los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual comprueba que es una metodología alternativa confiable.

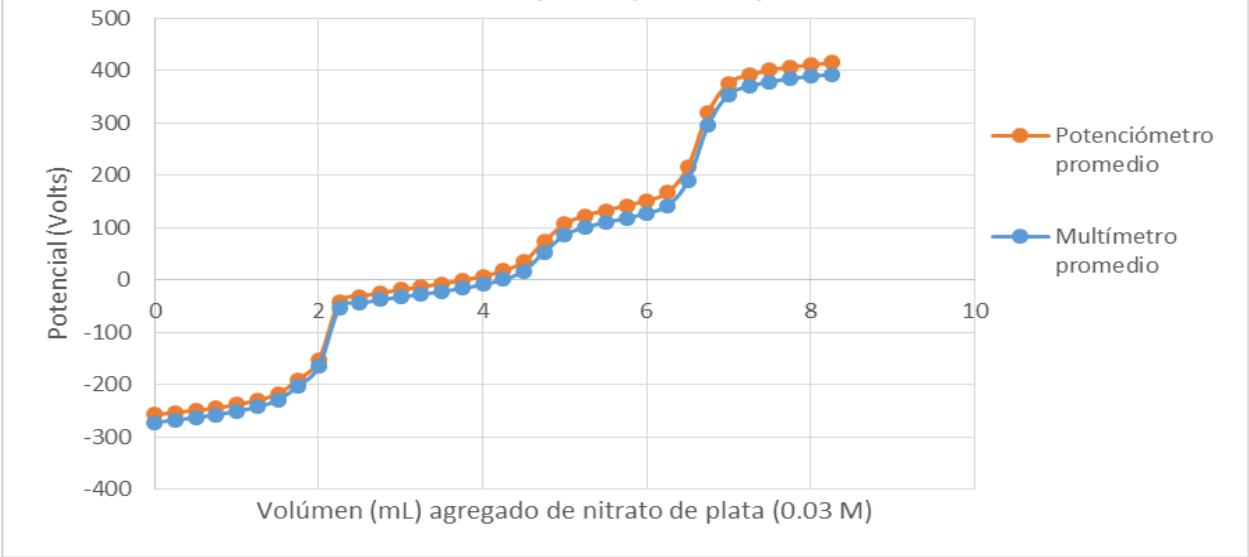
- **LOS TRES HALOGENUROS EN LA MISMA DISOLUCIÓN**

En la tabla V Se observar los puntos de equivalencia de las 9 valoraciones de los tres halogenuros en la misma disolución (0.01 M) con nitrato de plata (0.03 M). En la gráfica 5, se muestran las valoraciones promedio del potenciómetro y multímetro respectivamente.

TABLA V. Valores promedio de las valoraciones con los tres iones (Cloruros, Bromuros y Yoduros) en la misma disolución.

# Evento	Yoduros		Bromuros		Cloruros	
	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	1.7500	1.7500	5.2500	5.2500	7.0000	7.0000
2	2.2500	2.2500	5.0000	5.0000	7.0000	7.0000
3	2.2500	2.2500	4.7500	4.7500	6.7500	6.7500
4	2.2500	2.2500	4.7500	4.7500	6.7500	6.7500
5	2.2500	2.2500	4.7500	4.7500	6.500	6.5000
6	2.2500	2.2500	5.0000	5.0000	6.7500	6.7500
7	2.2500	2.2500	4.7500	4.7500	6.7500	6.7500
8	2.2500	2.2500	5.0000	5.0000	6.7500	6.7500
9	2.2500	2.2500	5.0000	5.0000	6.7500	6.7500
	V promedio mL 2.1944	V promedio mL 2.1944	V promedio mL 4.9166	V promedio mL 4.9166	V promedio mL 6.7777	V promedio mL 6.7777

Gráfico 5. Promedio de 9 valoraciones de los tres halogenuros en la misma disolución (0.01 M) con nitrato de plata (0.03 M)



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de los tres iones (cloruros, bromuros y yoduros), en la misma disolución.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	48.6176	29.9117
2	46.3088	27.9555
3	53.2264	35.8882
4	55.7777	35.8588
5	60.0088	41.5264
6	44.9323	27.7911
7	56.7117	39.0823
8	46.2558	29.6323
9	45.2823	28.8558

Media	50.7826	32.9441
σ	5.7020	5.2065
σ^2	32.5128	27.1085

- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro corregido 20 unidades. de la valoración de los tres iones (cloruros, bromuros y yoduros), en la misma disolución.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	48.6176	49.9117
2	46.3088	47.9555
3	53.2264	55.8882
4	55.7777	55.8588
5	60.0088	61.5264
6	44.9323	47.7911
7	56.7117	59.0823
8	46.2558	49.6323
9	45.2823	48.8558

Media	50.7826	52.9441
σ	5.7020	5.2065
σ^2	32.5128	27.1085

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de los tres iones (cloruros, bromuros y yoduros), en la misma disolución, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	18.0000	Grados de libertad	19.8207
Valor de "t" calculado	0.8397	Valor de "t" calculado	0.8397
Valor critico superior	2.5555	Valor critico superior	2.5382
Valor critico inferior	-2.5555	Valor critico inferior	-2.5382

Como se muestra en la tabla anterior, “t” calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$- 2.5555 < 0.8397 < 2.5555$$

$$-2.5382 < 0.8397 < 2.5382$$

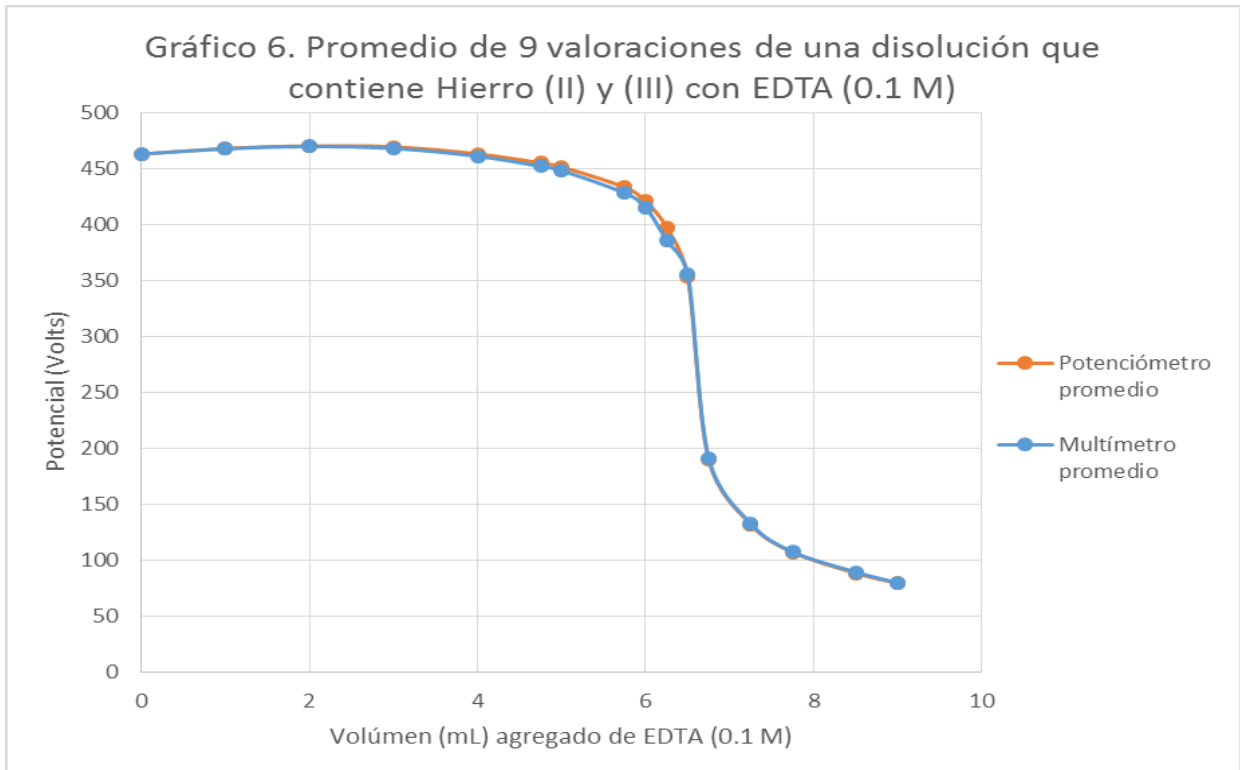
Es decir que en la valoración de los tres iones cloruros, bromuros y yoduros de potasio en la misma disolución con nitrato de plata, los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual indica que es una metodología alternativa confiable

III. COMPLEJOMETRIA

En la tabla VI. Se puede observar los puntos de equivalencia de las 9 valoraciones de la disolución que contiene hierro (II) y hierro (III) con EDTA (0.1 M). En la gráfica 6 se presentan las dos valoraciones promedio de potenciómetro y multímetro, respectivamente.

TABLA VI. Valores promedio de las valoraciones de hierro (II) y hierro (III).

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	6.7500	6.7500
2	6.7500	6.7500
3	6.7500	6.7500
4	6.7500	6.7500
5	6.7500	6.7500
6	6.7500	6.7500
7	6.7500	6.7500
8	6.7500	6.7500
9	6.7500	6.7500
	V promedio mL 6.7500	V promedio mL 6.7500



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia en el potenciómetro y multímetro de la valoración de Complejometría.**

# Evento	V.P.E ml (Potenciómetro)	V.P.E ml (Multímetro)
1	338.9125	336.7125
2	335.6625	335.3187
3	344.3937	341.4755
4	344.6375	341.6125
5	340.4555	338.0062
6	344.9187	343.4255
7	340.2875	340.2062
8	340.2937	338.1111
9	333.3062	333.3333

media	340.3180	338.6840
σ	4.0197	3.2817
σ^2	16.1586	10.7699

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de sulfato ferroso amoniacal y sulfato férrico con EDTA, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16.0000	Grados de libertad	17.2299
Valor de "t" calculado	0.9446	Valor de "t" calculado	0.9446
Valor critico superior	2.5888	Valor critico superior	2.5723
Valor critico inferior	-2.5888	Valor critico inferior	-2.5723

Como se muestra en la tabla anterior, "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$-2.5888 < 0.9446 < 2.5888$$

$$-2.5723 < 0.9446 < 2.5723$$

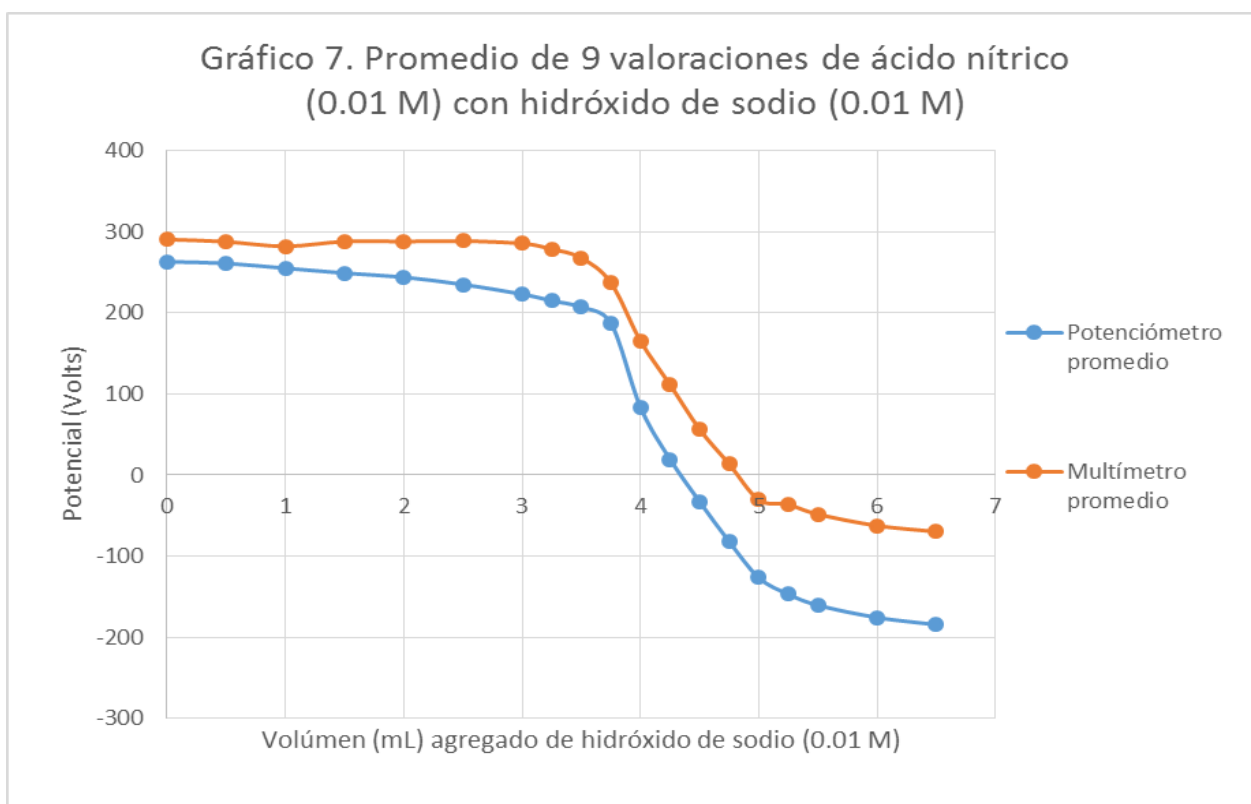
De igual forma en la valoración de sulfato ferroso amoniacal y sulfato férrico valorados con EDTA, los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual comprueba que es una metodología alternativa confiable.

II. ACIDO-BASE

En la tabla VII podemos observar los puntos de equivalencia de las 9 valoraciones de la solución que contiene ácido nítrico (HNO_3) 0.01M con hidróxido de sodio (NaOH) 0.01M, En la gráfica 7 se presentan las dos valoraciones promedio de potenciómetro y multímetro.

TABLA VII. Valores promedio de las valoraciones de ácido nítrico e hidróxido de sodio.

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	4.0000	4.0000
2	4.2500	4.2500
3	4.0000	4.0000
4	4.2500	4.2500
5	4.2500	4.2500
6	3.7500	3.7500
7	3.7500	3.7500
8	3.7500	3.7500
9	4.0000	4.0000
V promedio mL 4.0000		V promedio mL 4.0000



- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia. en el potenciómetro y multímetro de la valoración ácido-base.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	42.1855	137.3535
2	72.8666	164.8888
3	69.6555	164.7555
4	64.7111	176.0777
5	43.7222	186.6888
6	61.2155	93.9888
7	15.3888	73.0455
8	67.1222	140.7777
9	64.4055	172.2755

media	55.6938	145.5333
σ	18.5699	38.8686
σ^2	344.8418	1510.7734

- **Datos promedio del voltaje en el punto de equivalencia, en el potenciómetro y multímetro corregido en 100 unidades en el potenciómetro en la valoración ácido-base.**

# Evento	V.P.E mL (Potenciómetro)	V.P.E mL (Multímetro)
1	142.1855	137.3555
2	172.8666	164.8888
3	169.6555	164.7555
4	164.7111	176.0777
5	143.7222	186.6888
6	161.2155	93.9888
7	115.3888	73.0455
8	167.1222	140.7777
9	164.4055	172.2755

media	155.6938889	145.5333333
σ	18.569917	38.86866934
σ^2	344.8418174	1510.773456

- **Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de ácido nítrico con hidróxido de sodio, con un nivel de confianza de 98%.**

Grados de libertad	16.0000	Grados de libertad	14.3390
Valor de "t" calculado	0.7076	Valor de "t" calculado	0.7076
Valor critico superior	2.5888	Valor critico superior	2.6233
Valor critico inferior	-2.5888	Valor critico inferior	-2.6233

Como se muestra en la tabla anterior, "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza

$$-2.5888 < 0.7076 < 2.5888$$

$$-2.6233 < 0.7076 < 2.6233$$

De igual forma en la cuantificación de ácido nítrico (HNO_3) valorado con hidróxido de sodio (NaOH), los potenciales promedio obtenidos empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los potenciales promedio empleando un potenciómetro como sistema de medición en un intervalo del 98%. Lo cual indica que es una metodología alternativa confiable.

CONCLUSIONES.

Se logró la realización de microvaloraciones para los cuatro tipos de valoraciones potenciométricas usuales en química analítica (ácido-base, redox, complejos y halogenuros), utilizando como instrumento de fin de valoración, un multímetro sustituyendo al potenciómetro convencional, ya que no existe diferencia significativa entre ambos métodos, según se observa en las tablas y lo cual muestra que se acepta la hipótesis de que $H_0 = H_A$ de acuerdo a la prueba “t” de Student.

Por otro lado se puede afirmar que debido a los resultados obtenidos experimentalmente, se obtiene una metodología alternativa, para su posible implementación dentro de los laboratorios de instituciones que impartan carreras con una relación al área de la química analítica. En el caso de las tres metodologías (redox, complejos y halogenuros) los mismos electrodos que se utilizan en potencimetría, son utilizados en las valoraciones con multímetro. Para el caso de las valoraciones ácido base, se puede utilizar también el electrodo de vidrio combinado usual, pero por su elevada resistencia, la estabilización de las lecturas se hace muy lenta, para lo cual se sustituyó dicho electrodo por un electrodo posai-posai. La posible instrumentación de esta metodología en los laboratorios de docencia, mejoraría el equipamiento de dichos laboratorios (por el precio de un potenciómetro se pueden adquirir 9 multímetros). Logrando con esto que ningún estudiante quede sin equipo de medida, y consecuentemente se logre el objetivo pretendido para el trabajo de laboratorio de los estudiantes del área de química, refrendar, con el trabajo de laboratorio, su vocación de estudiantes de una carrera teórico-práctica.

Así mismo, se logró la disminución sustancial en la generación de residuos químicos y la minimización de los efectos de reactivos químicos empleados por el experimentador. Generando experimentos en el área de la química analítica amigables con el ambiente

Bibliografía

1. Aguilar, Márquez Armando., Altamira, Ibarra Jorge., García, y León Omar. (2008). *Formulario de estadística para administración, contaduría e informática*. México: Facultad de estudios superiores Cuautitlán, UNAM.
2. Ayres, G. H. (1970). *Análisis Químico Cuantitativo*. México. Editorial Harlai.
3. Dean, H. J. (1989). *Lange's Handbook of chemistry*. (12^a Ed.). New York: Mc Graw Hill.
4. Escudero Espinosa, Mariel Alejandra. (2012). *Valoración de halogenuros utilizando un multímetro como sistema indicador de fin de valoración*. Tesis de Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
5. G. Charlot. (1975). *Química Analítica General*. Tomo I. Soluciones Acuosas y no acuosas. (2^a Ed.). España: Toray-Masson.
6. Harris, D. C. (2001). *Análisis Químico Cuantitativo*. (2^a Ed.). México: Editorial Reverte.
7. Light, Truman S. (1997). *Industrial use and applications of ion selective electrodes*. Estados Unidos: Journal of Chemical Education.
8. Pohlenz, Pérez Ada Gabriela. (2010). *Microvaloraciones ácido base, redox y complejométricas utilizando potenciómetro y multímetros como sistema de medición*. Tesis de Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
9. Rosales., Pérez Saavedra. (1998). *Estudio potenciométrico del Ácido Fluorhídrico con electrodos POSAI-316*. Vol. 42, núm. 4, Journal of the Mexican Chemical Society.
10. Sandoval, R. (1992). *Equilibrios en disolución en química analítica. Teoría, ejemplos y ejercicios*. México: Facultad de Química. UNAM.
11. Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., Crouch, S. R. (2001). *Química Analítica*. (7^a Ed.). España: McGraw-Hill.
12. Tenorio Mora, Humberto. (2013). *Construcción de un electrodo combinado posai-posai para microvaloraciones ácido-base*. Tesis de Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.

13. Walpole, R.E. Myers, R.H. y Myers, S.L. (1999). *Probabilidad y Estadística Para Ingenieros*. (6ª Ed.). Prentice Hall
14. Willard, H. H., Merrit, L. L., Dean, J. A., Settle F. A. (1991). *Métodos Instrumentales de Análisis*. México: Grupo Editorial Iberoamérica.

ANEXO I.

ELECTRODO POSAI-316

La medida de pH es una técnica imprescindible en cualquier laboratorio de análisis químico, pero el electrodo usual para medir el pH, el electrodo de vidrio es de vida media corta, poco versátil, y limitado (por ejemplo no es resistente al HF), por lo cual diversos trabajos de investigación han sido realizados para su posible sustitución. Los electrodos obtenidos por algunos autores, son en los que se utilizan iridio y platino, dan buenos resultados para sustituir el electrodo de vidrio, pero son difíciles de obtener para nuestros laboratorios en México. Una posible alternativa para estos electrodos puede encontrarse en los diversos trabajos de investigación que han demostrado que las películas de óxidos (férrico y ferroso) sobre acero inoxidable tipo 316 (POSAI-316) obtenidas por tratamiento químico, pueden usarse como electrodos selectivos de iones hidronio en un intervalo de pH de 2 a 13, como electrodo de referencia y como electrodo redox en valoraciones de FeSO_4 con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en medio ácido; así como, electrodo indicador en valoraciones ácido-base en medio no acuoso. Dichas POSAI-316 son de bajo costos, resistentes, versátiles y de vida media larga.

Elaboración de Electrodos Posai-Posai

- 1.- Primero se cortan 2 pedazos de alambre de acero inoxidable 316 de aproximadamente 4 cm cada uno y se limpian con acetona esto para que se adhiera mejor la capa de óxido
- 2.- Se coloca en un vaso precipitado de 250 mL, 150 ml de la disolución de trióxido de cromo en ácido sulfúrico y se pone a calentar hasta que llegue a una temperatura de 70°C.
- 3.- Se sumergen los pedazos de acero 316 en la solución de trióxido de cromo en ácido sulfúrico por 17 minutos manteniendo la temperatura de 70°C constante y esto para poder adherir la capa de óxido en el acero 316. Y se enjuagan con agua destilada.
- 4.- Se dejan sumergidos por 1 día en una solución de Hidróxido de Sodio para que se hidraten los electrodos.

ANEXO II.

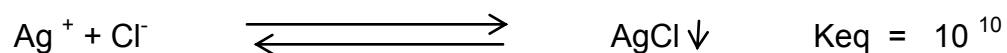
REACCIONES QUÍMICAS:

I. Oxidorreducción:

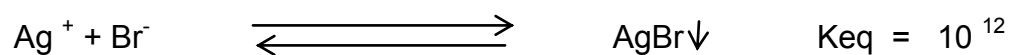


II. Halogenuros

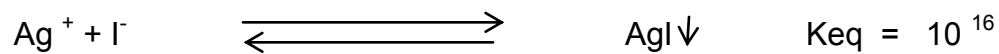
II a. Cloruros



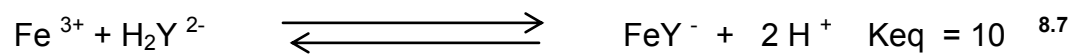
II b. Bromuros



II c. Yoduros



III. Complejometría



IV. Ácido- Base

