



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Elaboración de tres microelectrodos de Platino//Plata/Cloruro de plata para ultravaloración REDOX

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

ANAYANSI HAZEL GRANADOS RAMÍREZ

DIRECTOR: DR. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA

CUAUTITLÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO, 2018



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

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

FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLÁN

ASUNTO: VOTO APROBATORIO



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

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

Elaboración de tres microelectrodos de Platino//Plata/Cloruro de plata para ultramicrovaloración REDOX.

Que presenta la pasante: **Anayansi Hazel Granados Ramírez**
Con número de cuenta: 309066415 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

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

ATENTAMENTE
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 02 de Mayo de 2018.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dr. José de Jesús Pérez Saavedra	
VOCAL	Dr. Ricardo Paramont Hernández García	
SECRETARIO	Dr. Julio César Botello Pozos	
1er. SUPLENTE	Dr. Julio César Morales Mejía	
2do. SUPLENTE	M.E. María Teresa Ylizaliturri Gómez Palacio	

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

DEDICATORIA

PADRE: Por creer en mi cuando yo no lo hacía, por el aliento y el apoyo en las noches oscuras y recordarme que lo más importante en este mundo es la familia.

Daniel Granados Sandoval

“Gracias por tu esfuerzo”

MADRE: Por ser la mujer mas fuerte del mundo, enseñarme el valor de la vida y a siempre luchar por mis ideales y manejarme por los caminos correctos aunque estos no sean los más fáciles.

Antonia Ramírez Sandoval

“Gracias por tu amor”

A MI HERMANA: Por el cuidado y el cariño que me has dado en días grises.

Yara Daniela Granados Ramírez

“Gracias por tus consejos”

A MI ASESOR: Con respeto y gratitud quien una vez mas me ha brindado sus conocimientos, en beneficio de mi formación.

Dr. José de Jesús Pérez Saavedra

“Gracias por toda su comprensión”

FRANCO: Por ser luz en la oscuridad y remanso de paz, siempre te estare agradecida.

Franco Irving Franco Ramírez

“Gracias por todo tu cariño”

LUPITA: Por ser como una hermana, por darme tu amor, cariño y cuidado siempre, y por llenar el mundo con tu alegría y conocimiento.

“Gracias por tu apoyo”

María Guadalupe Aguilar Martinez

GRACIAS Daniela Quiroz, Cristina Ramírez, Víctor Martínez, Guillermo Guerrero, Ricardo Andaraca, Jorge Nadurille y Martin Martínez, Daniel Guerrero, familia SENDA **POR SU AMISTAD.**

MAESTROS, COMPAÑEROS Y AMIGOS:

Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Estudios superiores Cuautitlán Campo 1

Gracias por permitirme formarme como persona y darme más herramientas que las que un ingeniero necesita, “Humanidad”.

AGRADECIMIENTOS

Dr. José de Jesús Pérez Saavedra

Por tener fé en la humanidad y en mi.

Mi agradecimiento eterno, por ir más álla de lo que el deber marcaba.

**“NUESTRAS VIRTUDES Y NUESTROS DEFECTOS SON INSEPARABLES, COMO LA
ENERGÍA Y LA MATERIA.
CUANDO SE SEPARAN EL HOMBRE DEJA DE EXISTIR”**

NIKOLA TESLA (1856-1943)

ÍNDICE

DEDICATORIA.....	I
AGRADECIMIENTOS.....	IV
ÍNDICE DE FIGURAS.....	1
1. INTRODUCCIÓN	5
2. GENERALIDADES.....	6
3. JUSTIFICACIÓN	9
4. OBJETIVOS.....	9
4.1. Objetivo general.....	9
4.2. Objetivos específicos.....	14
5. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	14
6. MARCO TEÓRICO	15
6.1. Química analítica	15
6.2 Potenciometría.....	17
6.3 Principios teóricos de electroquímica.....	18
6.4. Reacción redox.....	20
6.4.1. Carga eléctrica.....	16
6.4.2. Corriente eléctrica.....	17
6.4.3. Potencial eléctrico.....	17
6.4.4. Ecuación de Nernst	18
6.4.5. Reacción Redox	18
6.5. Electrodos	25
6.5.1. Electrodos de plata-cloruro de plata.....	29
6.5.2. Electrodos de platino.....	27
6.5.3. Microelectrodos	27
7. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	29
8.1. Construcción del microelectrodo	29
8.2. Prueba rápida de lectura.....	32
8.3. Valoraciones potenciométricas	33
8. RESULTADOS EXPERIMENTALES	36
9.1. Microelectrodo 1.....	36
9.2. Microelectrodo 2.....	38
9.3. Microelectrodo 3.....	44

9. ANÁLISIS DE RESULTADOS	46
10. CONCLUSIONES.....	49
11. ANEXOS	50
11.1 Anexo I.....	50
11.2 Anexo II.....	54
11.3 Anexo II.....	57
11. MEMORIA DE CÁLCULO	59
11.1. Preparación de soluciones.....	59
11.2. Concentraciones de disoluciones (reales)	59
11.3. Cálculos estadísticos	60
12. ABREVIATURAS.....	64
13. REFERENCIAS	65

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Diagrama de bloques que muestra el proceso completo de una medida instrumental.....	8
Figura 1.2 Mapa de los dominios de datos.....	9
Figura 1.3 Resumen de los metodos electroanalíticos comunes.....	12
Figura 61 Clasificación de técnicas electroanalíticas.....	15
Figura 6.2 Arreglo básico para un ISE con monitoreo potenciometrico.....	18
Figura 6.3 Interacción soluto-disolvente.....	19
Figura 6.4 Electrodo o interfase eléctrica.....	19
Figura 6.5 Electrodo formado al ponerse en contacto con el metal.....	19
Figura 6.6 Celda galvánica.....	24
Figura 6.7 Equilibrio térmico y equilibrio eléctrico.....	25
Figura 6.8 Movimiento de carga eléctrica en una celda galvánica.....	27
Figura 6.9 Electrodos un una sola solución con dos agentes unidos físicamente.....	28
Figura 6.10 Constitución de un electrodo de plata-cloruro de plata.....	29
Figura 6.11 Estructura de un microelectrodo cilíndrico de fibra de carbono.....	32
Figura 7.1Contrucción del prototipo, alambres de cobre y platino en el capilar interno.....	33
Figura 7.2Contrucción del prototipo,introducción de alambre de plata en el segundo capilar.....	34
Figura 7.3Contrucción del prototipo,conexión con el cable BNC.....	34
Figura 7.4 Cable BNC.....	35
Figura 7.5 Esquema de microelectrodo.....	35
Figura 7.6 Lectura rápida.....	36
Figura 7.7 Montaje experimental.....	36
Figura 7.8 Conexión del BNC al multímetro.....	36
Figura 7.9 Montaje experimental(Fotografía).....	38
Figura 7.10 Montaje experimental para las valoraciones potenciométricas.....	39

ÍNDICE DE ECUACIONES.

6.1 Ecuación de Faraday	20
6.2 Ley de Ohm.....	21
6.3 Ecuación de Nernst.....	22
6.4 Reacción REDOX.....	22
6.5 Diferencial de potencial entre electrones.....	30
6.6 Diferencial de potencial entre electrones de plata.....	30
6.7 Reacción de un electrodo como reducción.....	30
6.8 Diferencia de potencial.....	30

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Propiedades químicas y físicas que se emplean en los métodos instrumentales.....	7
Tabla 1.2 Ejemplos de los componentes de los instrumentos	10
Tabla 7.1 Materiales para la construcción del microelectrodo.....	33
Tabla 7.2 Materiales para la valoración potenciométrica.....	37
Tabla 9.1 Volumen y potencial de p.e. promedio y desviación estándar prototipo 1.....	46
Tabla 9.2 Volumen y potencial de p.e. promedio y desviación estándar prototipo 2.....	47
Tabla 9.3 Volumen y potencial de p.e. promedio y desviación estándar prototipo 3.....	48
Tabla 10.1 Análisis financiero.....	49
Tabla 12.1 Abreviaturas	64

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráficas de curvas de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro (II) 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino//plata/cloruro de plata y primera derivada de las curvas de valoración

Gráfica 1. 1. Experimento 1 PROTOTIPO I.....	40
Gráfica 1. 2. Experimento 1 PROTOTIPO I.....	40
Gráfica 1. 3.-1.10 Experimento 2 PROTOTIPO I.....	ANEXO I

Gráfica 2.1. Experimento 1 PROTOTIPO II.....	42
Gráfica 2.2. Experimento 1 PROTOTIPO II.....	42
Gráfica 2.3.-2.10 Experimento 2 PROTOTIPOII.....	ANEXO II
Gráfica 3.1. Experimento 1 PROTOTIPO III.....	44
Gráfica 3.2. Experimento 1 PROTOTIPO III.....	44
Gráfica 3.3.-3.10 Experimento 2 PROTOTIPO III.....	ANEXO III

ELABORACIÓN DE UN MICROELECTRODO COMBINADO DE PLATINO //PLATA/CLORURO DE PLATA PARA ULTRAVALORACIÓN REDOX.

1. INTRODUCCIÓN

La naturaleza de las sustancias es uno de los temas más estudiados por la química, ya que de acuerdo a ésta, los tipos de reacciones se determinan de acuerdo a la forma en la que se representan los reactivos en un proceso.

La potenciometría es el único método electroquímico en el que se mide directamente un potencial de equilibrio termodinámico en el cual esencialmente no fluye corriente neta. El instrumental necesario para las medidas potenciométricas comprende un electrodo de referencia, un electrodo indicador y un dispositivo de medida de potencial. Es útil para determinar la concentración de una especie electroactiva o de una disolución, empleando dos elementos fundamentales

Algunos de usos más generales son.

1. Determinación cuantitativa selectiva de muchos iones inorgánicos y orgánicos en solución.
2. Determinación de iones en un estado de oxidación específicos dentro de una muestra.
3. Determinación de constantes de estabilidad de complejos.
4. Determinación de velocidades y mecanismos de reacción.
5. Determinación cuantitativa de ácidos y básicos.
6. Determinación cuantitativa de productos de reacción enzimáticos.

Los métodos potenciométricos de análisis se basan en las medidas del potencial de celdas electroquímicas en ausencia de corrientes apreciables. Dicho de otra manera, los métodos potenciométricos son aquellos que miden la diferencia de potencial entre dos electrodos de una célula galvánica en condiciones de intensidad de corriente cero, siendo su objetivo determinar la concentración de los analitos a partir de los datos de potenciales de electrodo.

Las principales ventajas del método potenciométrico son su aplicabilidad a soluciones turbias, florescentes, opacas, coloreadas, cuando sean inaplicables o no se pueden obtener indicadores visuales adecuados.

Desde el año de 1990 el Dr. José de Jesús Pérez Saavedra decide llevar a cabo el estudio de la potenciometría con el uso de electrodos alternativos dentro de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

Estos electrodos pueden sustituir a los electrodos comerciales de platino y vidrio. Con el diseño de este tipo de electrodos es posible elaborar montajes experimentales que permitan utilizar mínimas cantidades de reactivos para su estudio, generando menos daño al ambiente, menor cantidad de residuos, menor costo de experimentación, además de que dichos electrodos puedan ser elaborados en nuestros laboratorios.

2. GENERALIDADES

La química analítica se ocupa de los métodos de determinación de la composición química de la materia. Un método cualitativo informa sobre la identidad de las especies atómicas o moleculares de la muestra, o de los grupos funcionales que hay en ellas; por otra parte, un método cuantitativo aporta información numérica de la cantidad relativa que hay de uno o varios de estos componentes.

Los métodos analíticos suelen clasificarse en clásicos e instrumentales. Esta clasificación es, en gran medida histórica, ya que los métodos clásicos a veces denominados *métodos de química húmeda*, precedieron en un siglo o más a los métodos instrumentales.

Los métodos clásicos consistían separando los componentes de interés de una muestra (los analitos), mediante un procedimiento de precipitación, extracción o destilación. En los análisis cualitativos los componentes se trataban seguidamente con reactivos originándose unos productos que se podían identificar por su color, punto de ebullición o de fusión, solubilidad en diferentes solventes u otras características. En los análisis cuantitativos, La cantidad de analito se determina mediante medidas gravimétricas o volumétricas. (Skoog, 2015)

Principios de análisis instrumentales

Los métodos instrumentales, a principios del siglo XX, los químicos comenzaron a utilizar fenómenos distintos de los utilizados en los métodos clásicos para resolver los problemas analíticos. Así, para el análisis cuantitativo de una gran variedad de analitos inorgánicos, orgánicos y bioquímicos se empezaron a utilizar las medidas de sus propiedades físicas tales como la conductividad, el potencial de electrodo, la absorción o emisión de la luz, la relación masa/carga y la fluorescencia. Además, en la separación de mezclas complejas, técnicas cromatográficas y electroforéticas muy eficaces empezaron a reemplazar a la destilación, extracción y precipitación como etapa previa a su determinación cualitativa o cuantitativa.

A estos métodos más modernos para la separación y determinación de las especies químicas, se les conoce en conjunto como *métodos instrumentales de análisis*.

Muchos de los fenómenos en los que se fundamentan los métodos instrumentales se les conocen desde hace más de un siglo. Sin embargo, su aplicación por mayor parte de los químicos se retrasó por falta de una instrumentación sencilla y fiable.

De hecho el crecimiento de los métodos instrumentales de análisis moderno ha sido paralelo al desarrollo de la industria electrónica e informática.

Tipos de métodos instrumentales

Para este estudio, es conveniente considerar las propiedades físicas y químicas que se puedan utilizar en el análisis cualitativo o cuantitativo. La **tabla 1.1** enumera la mayoría de las propiedades características que se utiliza actualmente en los análisis instrumentales. La mayor parte de ellas requiere una fuente de energía para estimular una respuesta medible que procede del analito. Por ejemplo, en la emisión atómica se requiere un aumento de la temperatura del analito para que, en primer lugar se produzcan átomos en estado gaseoso y después para excitar dichos átomos a niveles de mayor energía. Posteriormente emiten una radiación electromagnética característica que es la cantidad medida por el instrumento.

TABLA 1.1 Propiedades químicas y físicas que se emplean en los métodos instrumentales	
Propiedades	Métodos instrumentales
Emisión de la radiación	Espectroscopía de emisión (rayos X, UV, visible de electrones, Auger); fluorescencia, fosforescencia y luminiscencia (rayos X, UV y visible)
Absorción de la radiación	Espectrofotometría y fotometría (rayos X, UV, visible, IR); espectroscopía fotoacústica; resonancia magnética nuclear y espectroscopía de resonancia de espín electrónico
Dispersión de la radiación	Turbidimetría; nefelometría, espectroscopia Raman
Refracción de la radiación	Refractometría; interferometría
Difracción de la radiación	Métodos de difracción de rayos X y de electrones
Rotación de la radiación	Polarimetría; dispersión rotatoria óptica,; dicroísmo circular
Potencial eléctrico	Potenciometría; cronopotenciometría
Carga eléctrica	Culombimetría
Corriente eléctrica	Polarografía; amperometría
Resistencia eléctrica	Conductimetría
Masa	Gravimetría (microbalanza de cristal de cuarzo)
Razón masa a carga	Espectrometría de masas
Velocidad de reacción	Métodos cinéticos
Propiedades térmicas	Gravimetría y volumetría térmica; calorimetría de barrido diferencial; análisis térmico diferencial; métodos de conductividad térmica
Radioactividad	Métodos de activación y de dilución isotópica

Obsérvese que las primeras seis entradas de la *tabla 1.1* están relacionadas con las interacciones del analito y la radiación electromagnética. Las cuatro posteriores son eléctricas. Por último, cuatro propiedades diversas se agrupan conjuntamente: la relación masa/carga, la velocidad de reacción, las señales térmicas y la radiactividad.

En la segunda columna indica los nombres de los métodos instrumentales relacionados con las distintas propiedades físicas y químicas.

En este trabajo nos enfocaremos directamente a los métodos instrumentales eléctricos, en específico a la potenciometría.

Instrumentos para el análisis

Un instrumento para el análisis químico transforma la información relacionada con las propiedades físicas o químicas del analito en información que pueda ser manipulada o interpretada por un ser humano. Por lo tanto, un instrumento analítico puede considerarse como un dispositivo de comunicación entre el sistema objeto de estudio y el científico.

Para conseguir la información del analito deseada es necesario proporcionar un estímulo, generalmente en forma de energía electromagnética, eléctrica, mecánica, nuclear. El estímulo provoca una respuesta del sistema objeto de estudio, en la cual la naturaleza y la magnitud de la misma se rigen por leyes fundamentales de la química y la física. La información resultante radica en el fenómeno que surge de la interacción del estímulo del analito.

En general, los instrumentos para el análisis químico constan solamente de unos cuantos componentes básicos, alguno de los cuales se enumera en la **tabla 1.2**. Resulta instructivo ahondar en el concepto de los *dominios de datos* para entender la relación que existe entre los componentes del instrumento y el flujo de información que se transmite de las propiedades del analito a través de los componentes, hasta el resultado numérico o gráfico que produce el instrumento.

Dominio de datos

En el proceso de medida colaboran una amplia variedad de dispositivos que transforman la información de una forma a otra.

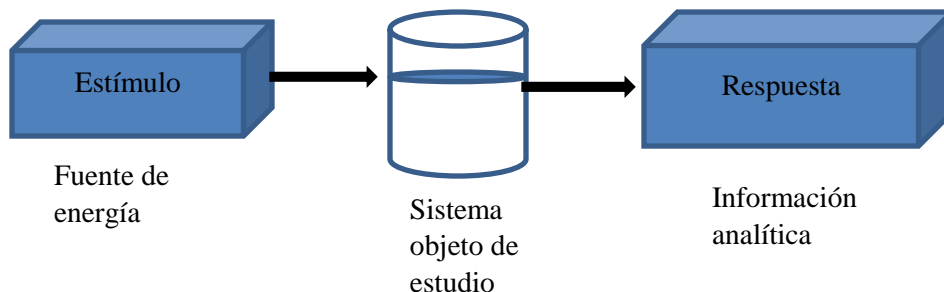


Figura 1.1 Diagrama de bloques que muestra el proceso completo de una medida instrumental.

Para estudiar cómo funcionan los instrumentos es importante entender la manera en la que *se codifica* la información, o se transforma de un sistema de información a otro como una *señal eléctrica*, tal como tensión, corriente o carga o variaciones en estas cantidades.

Los diferentes modos de codificar la información en forma eléctrica se denominan *dominio de datos*. Se ha realizado una clasificación esquemática basada en este concepto, que simplifica en gran medida el análisis de los sistemas instrumentales y facilita la comprensión del proceso de medida.

Como se muestra en el mapa de los dominios de los datos de la **figura 1.2**

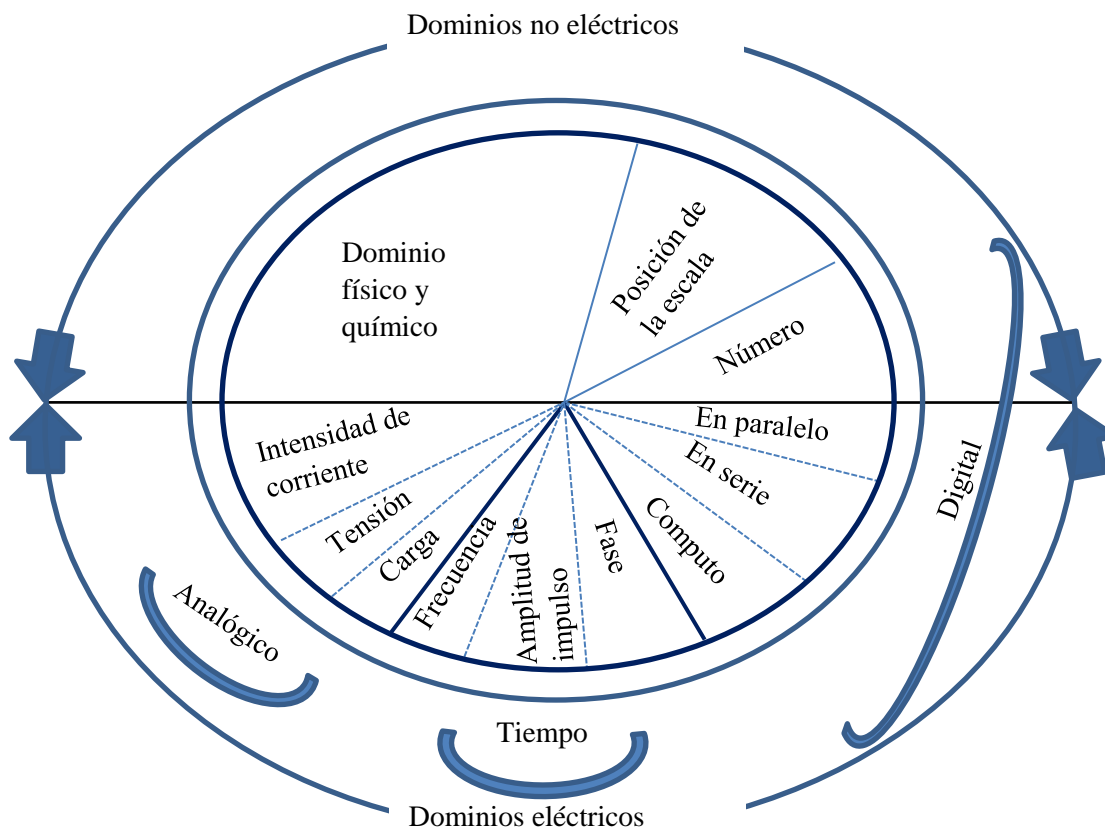


Figura 1.2 Mapa de los dominios de datos. La parte superior del mapa comprende los dominios no eléctricos. La parte inferior está compuesta por dominios eléctricos. Obsérvese que los dominios digitales se extienden entre los dominios eléctricos y no eléctricos.

La química electroanalítica abarca un grupo de métodos analíticos cuantitativos basados en las propiedades eléctricas de una disolución de analito cuando forma parte de una celda electroquímica¹. Las técnicas electroanalíticas son capaces de proporcionar límites de detección excepcionalmente bajos y una abundante información de características que describen los sistemas tratables electroquímicamente.

¹Algunos trabajos de referencia en trabajos de electroquímica y sus aplicaciones incluyen: (A. j. Bard.1980)

La siguiente tabla muestra algunos ejemplos de los componentes de los instrumentos como son su fuente de energía, su dominio de datos y lectura, entre otros.

TABLA 1.2 Ejemplos de los componentes de los instrumentos.

Instrumento	Fuente de energía (estímulo)	Señal analítica	Transductor de entrada	Dominio de los datos de información transformada	Procesador de señal	Lectura
Fotómetro	Lámpara de Wolframio, filtro de vidrio	Haz de luz	Fotocélula	Corriente eléctrica	Escala de medida	Medidor de corriente
Espectrómetro de emisión atómica	Llama	Radiación UV o visible	Tubo fotomultiplicador	Potencial eléctrico	Amplificador. Desmodulador, monocromador, cortador	Registrador sobre papel
Culombímetro	Fuente de corriente continua	Corriente de la celda	Electrodos	Corriente eléctrica	Amplificador	Registrador sobre papel
pH metro	Muestra, electrodo de vidrio	Actividad de ion hidrogeno	Electrodos de vidrio y de calomelanos	Potencial eléctrico	Amplificador, digitalizador	Unidad digital
Difractómetro de rayos X para polvo	Tubo de rayos X, muestra	Radiación difractada	Película fotográfica	Imagen latente	Revelador químico	Imágenes ennegrecidas en una película
Comparador de color	Luz solar	Color	Ojo humano	Señal del nervio óptico	Cerebro humano	Respuesta visual al color

En este trabajo estudiaremos la potenciometría, con el cual nuestro objetivo primordial será la obtención de potencial eléctrico para que a través de la construcción de nuestro propio prototipo de un electrodo *Pt* para poder comprobar que tienen comportamientos similares.

Los métodos electroanalíticos tienen ciertas ventajas de carácter general sobre otros tipos de procedimientos. En primer lugar, las medidas electroquímicas son a menudo específicas para un estado en oxidación particular de un elemento.

Por ejemplo los métodos electroquímicos hacen posible la determinación de la concentración de cada una de las especies en una mezcla de cerio (III) y cerio (IV), mientras que la mayor parte del resto de métodos analíticos solo pueden proporcionar la concentración total de cerio. Una segunda ventaja importante de los métodos electroquímicos es que la instrumentación es relativamente económica.

El instrumento electroquímico más caro cuesta unos \$385,000 M/N, y el precio de un instrumento comercial típico de uso múltiple se encuentra en un intervalo de los \$76,000 a los \$100,000 M/N. Por lo contrario, muchos instrumentos espectroscópicos cuestan de \$1000,000 a \$5,000,000 M/N o más; Según (Skoog, 2015) Una tercera característica de ciertos métodos electroquímicos, que puede ser ventaja o desventaja, es que proporcionan información sobre actividades en vez de las concentraciones de las especies químicas. Normalmente en estudios fisiológicos, las actividades de iones tales como el calcio o el potasio son de mayor significación que las concentraciones.

Se han propuesto una amplia variedad de métodos analíticos. Aquellos de uso bastante general, se muestran en la **figura (1.3)**. Estos métodos se dividen en métodos interfaciales y métodos del seno de la disolución, siendo los primeros que tienen mayor aplicación.

Métodos interfaciales: se basan en fenómenos que tienen lugar en la interface entre las superficies de Sugiero en negritas o itálicas para destacar los electrodos y la delgada capa de disolución justamente adyacente a estas superficies. Se pueden dividir en dos grandes categorías, en función de cómo operan las celdas electroquímicas, en ausencia o presencia de corriente.

Métodos estáticos: implican medidas potenciométricas son de particular importancia debido a su rapidez y selectividad. **Métodos dinámicos:** las corrientes en las celdas electroquímicas juegan un papel clave, son de diversos tipos. **Potencial controlado:** Se controla el potencial de la celda mientras se llevan a cabo las medidas de otras variables.

Intensidad constante: La intensidad de corriente en la celda se mantiene constante mientras se recogen los datos. **Métodos del seno de la disolución:** se basan en fenómenos que ocurren en el seno de la disolución; haciendo todos los efectos para impedir los efecto interfaciales.

Potencial controlado: El análisis se basan en las medidas del potencial de celdas electroquímicas en ausencia de corrientes apreciables.

Desde el comienzo del siglo XX, las técnicas potenciométricas se han utilizado para la detección de los puntos finales en los métodos volumétricos de análisis. De origen más reciente son los métodos en los que las concentraciones de los iones se obtienen directamente del potencial de un electrodo de membrana selectiva de iones. Tales electrodos están relativamente libres de interferencias y proporcionan un medio rápido y conveniente para estimaciones cuantitativas de numerosos aniones y cationes importantes.

El equipo requerido para los métodos potenciométricos es sencillo y económico e incluye un electrodo de referencia, un electrodo indicador y un dispositivo para la medida del potencial.

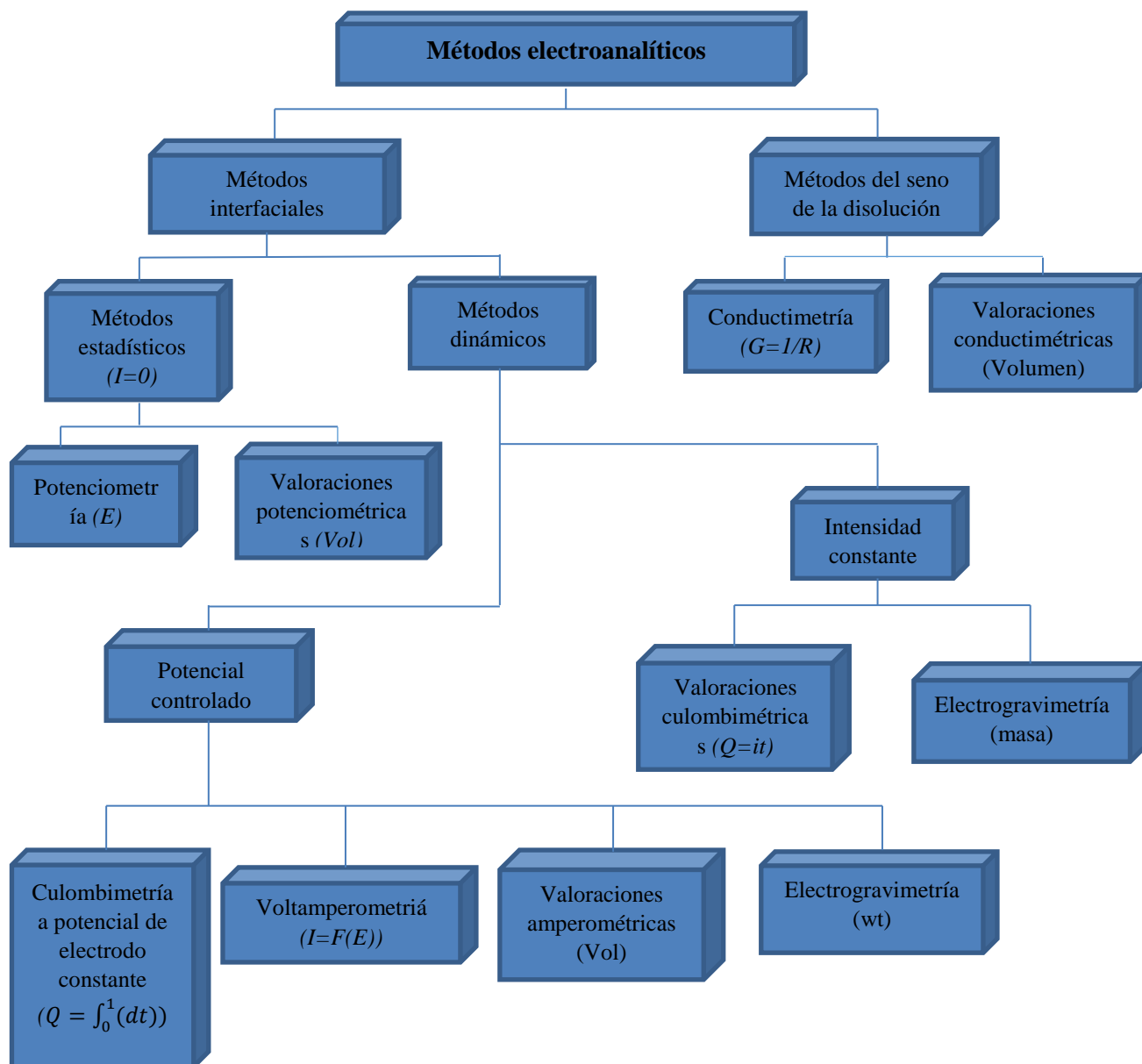


Figura1.3 Resumen de los métodos electroanalíticos comunes (Skoog, 2015). El parámetro medido aparece entre paréntesis. (I= intensidad de corriente, E= potencial, R=resistencia, G= conductancia, Q= cantidad de electricidad, t=tiempo, vol= volumen de disolución patrón, wt= peso de una especie electrodepositada).

3. JUSTIFICACIÓN

En la Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán campo 1, es usual en los laboratorios de química analítica utilizar instrumentación para determinar propiedades de ciertas sustancias con el fin de caracterizarlas y sobre todo cuantificarlas.

Uno de los instrumentos usados comúnmente en estos laboratorios son los electrodos de Pt y potenciómetros para seguir valoraciones REDOX, esto implica que se pueden llegar a ocupar hasta 6 unidades, debido a su alto costo, y a la fragilidad de los electrodos implican un impacto financiero importante para el departamento de analítica. Por lo que es esencial dar respuesta a esta problemática; creando prototipos de bajo costo.

Por otro lado los electrodos comerciales de Pt comúnmente tienen la referencia a 1 cm de altura aproximadamente, lo que implica un volumen de analito promedio de 5 ml, si se emplea un vaso de volumen pequeño de fondo concavo, en caso de un vaso de precipitado el volumen llega a ser mayor de 15 ml a 25 ml aproximadamente, esto se traduce en grandes cantidades de volúmenes por grupo y aun más por semestre; que también implica otro fuerte impacto financiero para el departamento.

Esto significa grandes costos semestre con semestre entre reactivos, sustitución y reparación de electrodos.

Es por ello que la construcción de prototipos de microelectrodos potenciométricos es tan importantes, así se lograra una reducción de gastos que impacte significativamente las finanzas de la sección ya que permitirá la adquisición de otros recursos y/o bienes.

Por otro lado la creación de prototipos servirán como apoyo a los alumnos para que conozcan su funcionamiento y puedan ellos desarrollarlos y repararlos.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo General.

Elaborar prototipos de microelectrodos combinados de Platino //Plata/Cloruro de Plata, para realizar valoraciones REDOX potenciométricas con un multímetro para demostrar que tienen un comportamiento similar comparado con los electrodos comerciales.

4.2 Objetivos Específicos.

- Construir prototipos de microelectrodos combinados de Platino//Plata/cloruro de Plata, con un diseño que permita reducir la cantidad de reactivos que contaminan el ambiente.
- Probar los prototipos de microelectrodos y comparar sus respuesta contra electrodos comerciales usando una prueba estadística de t de Student.
- . Proponer los microelectrodos para aplicaciones docentes.

5. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los actuales electrodos (electrodo de platino), desarrollados para uso científico o didáctico presentan un alto precio \$4,000.00 MN aproximadamente, tanto para adquirir el instrumento y un gasto adicional para adquirir el potenciómetro. Esto representa altos costos para los laboratorios; es decir, que se necesitan buscar alternativas que permitan a los estudiantes fabricar sus propios electrodos, y así obtener resultados que permitan conocer su fiabilidad, resolución y precisión. Además encontrar la manera de disminuir el tamaño de los electrodos, para minimizar, las cantidades de volúmenes de analito que se requiere para realizar una valoración por lo que también genera una disminución en el valorante, esto se traduce en una reducción de reactivos químicos importante, y así disminuir los costos.

El desarrollo de un prototipo de estas características nos genera un gasto de \$1,200.00 MN, lo que representa un tercio con lo respecta a los electrodos actuales.

Además un potenciómetro comercial cuesta en promedio \$18,700.00 MN comparado con un multímetro comercial que tiene un valor de \$800.00 MN aproximadamente lo cual representa una reducción de económica significativa.

Para el siguiente trabajo tenemos referencia de diversos trabajos similares, como lo es el caso de el profesor Dr. José de Jesús Pérez Saavedra en la FES-C y el Dr. Alejandro Baeza Reyes de la Facultad de Química, ambos de la UNAM.

6. MARCO TEÓRICO

6.1 ELECTROQUÍMICA ANÁLITICA

La electroquímica analítica puede definirse como el estudio de los procesos de reacción que ocurren en la interfase conductor – disolución, generados espontáneamente o por medio de una perturbación externa, con el objetivo de resolver un problema de tipo químico.

Los procesos de reacción son el conjunto de eventos que ocurren antes, durante y después de imponer una perturbación del tipo eléctrico. De todos los procesos de reacción, el principal es la reacción electroquímica^A y la magnitud de su respuesta dependerá de los demás eventos que la acompañen. Éstos transcurren durante la imposición de la perturbación y dependen del tiempo y la manera en que ésta se mantiene. Al cesar la perturbación se alcanza un nuevo estado de equilibrio.

De acuerdo al tipo de perturbación que se imponga será el tipo de respuesta que se manifestará y de ella dependerá el tipo de información que se obtendrá para caracterizar a las moléculas, las reacciones al electrodo, la cantidad de analito y la forma en que acontece dicha transformación. Si se impone una diferencia de potencial se obtendrá una corriente de electrólisis; en cambio, si se impone una corriente constante la respuesta se manifestará por medio de un cambio de potencial en la interfase conductor–disolución. Las técnicas electroquímicas pueden dividirse de acuerdo en la manera en que realizan mediciones y la perturbación del sistema según al siguiente diagrama:

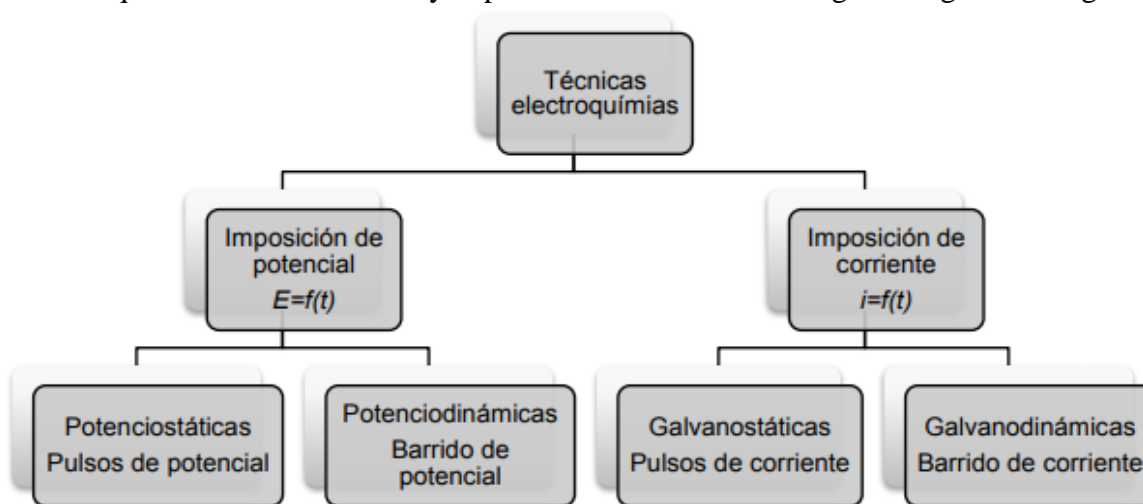
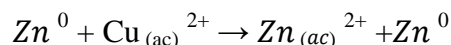


Figura 6.1 Clasificación de técnicas electroquímicas.

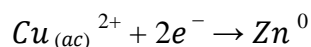
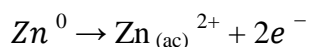
^A Definida como la transferencia de carga interfacial, sea de naturaleza iónica o electrónica

PRINCIPIOS TEÓRICOS ELECTROQUÍMICOS

Reacciones óxido–reducción. Una reacción de óxido-reducción se puede dividir en dos partes o semirreacciones: una en la cual la especie reactiva se oxida, y otra en que se reduce. Para ejemplificar se presenta el siguiente caso:



En donde el Zn^0 se oxida y el Cu^{2+} se reduce de acuerdo a las siguientes semirreacciones:



El desplazamiento neto del equilibrio dependerá de la posición relativa de los pK_r (Constante de disociación redox), de los pares redox involucrados y la imposición o no, de un estímulo externo. Se hablará de un sistema homogéneo cuando las especies reactivas se encuentran en la misma fase, por ejemplo en solución acuosa; sin embargo, en los sistemas heterogéneos existen dos o más fases. En electroquímica se pueden manejar sistemas heterogéneos donde la primera fase puede estar constituida por un electrolito, como una solución líquida, una sal fundida o bien, un líquido iónico. La segunda fase puede ser otro electrolito, un conductor sólido o bien una membrana semipermeable. Los conductores pueden ser metales o bien, semiconductores y el analito, la especie química en estudio, puede estar presente tanto en la solución líquida, en la sal fundida o formar parte de los conductores o las membranas semipermeables.

Características fundamentales de la reacción redox electroquímica

La reacción redox electroquímica es una reacción de transferencia de carga interfacial, particularmente de electrones de un par redox en una interfase a otro, en otra interfase, mediante el empleo de conductores eléctricos. Poseen las siguientes características:

- Son reacciones en sistemas heterogéneos: ocurren en una interfase conductor sólido–disolución, donde ésta puede tener naturaleza acuosa o no, ser una membrana o un LI¹.
- Están fuera del equilibrio: dependen del tiempo ya que las concentraciones de las especies que participan cambian con éste en las cercanías de la interfase.
- Son unidireccionales: el intercambio de electrones va de una especie hacia la otra, por medio de conductores, y fluye del ánodo donde una especie cede electrones (se oxida por consecuencia) al cátodo donde otra especie los recibe (y por tanto se reduce).

¹ Líquido iónico

- Son compartimentalizadas: la interfase conductor sólido – disolución donde ocurre la reacción de interés, debe estar separada de la otra para evitar interferencias. Esto se logra utilizando membranas de vidrio poroso, geles iónicos (puentes salinos), o membranas de polímero semipermeable. También se pueden utilizar microelectrodos con una gran separación entre ellos utilizando volúmenes de disolución grandes.

6.2 POTENCIOMETRÍA

En Química Analítica se estudian los fenómenos químicos que requieren la medición, el monitoreo o la caracterización de una o más especies químicas. Para ello se diseñan una serie de metodologías de análisis para llevar a cabo determinaciones analíticas por medio de una técnica operatoria. Una familia de herramientas muy útiles que permiten realizar tales tareas, en una infinidad de medios de reacción, son los sensores y biosensores.

En general un sensor es un dispositivo que recibe y responde a una señal o estímulo. Un sensor electroquímico es un dispositivo químico que responde a cambios específicos en el potencial o en la corriente eléctrica como consecuencia de la presencia de una especie química que interactúa con él. Cuando el elemento sensor está constituido por un elemento químico inorgánico u orgánico se tiene un sensor químico. El elemento químico sensor se selecciona de tal manera que interactúa con la especie a analizar (analito) de manera muy exclusiva o selectiva. En la literatura química se conoce a estos sensores químicos por sus siglas en inglés: ISE, *Ion Selective Electrodes*.

Un ISE necesita de un elemento interno sensible a la interacción elemento sensor–analito y que transporte una señal hasta un dispositivo de medida y procesamiento de la información capturada. Dicho elemento se conoce como transductor.

Aquel analito al cual se dirige la acción selectiva del elemento sensor se le conoce como analito diana (en inglés, *target compound*).

La interacción sensor–diana puede generar cambios electroquímicos, de luz, de temperatura, o del sonido y en cada caso se tienen transductores electroquímicos, ópticos, termométricos o acústicos respectivamente. En la literatura los sensores químicos y los biosensores más estudiados son aquellos con transducción electroquímica. **La Figura 6.2** muestra los elementos mínimos de un ISE o de un biosensor:

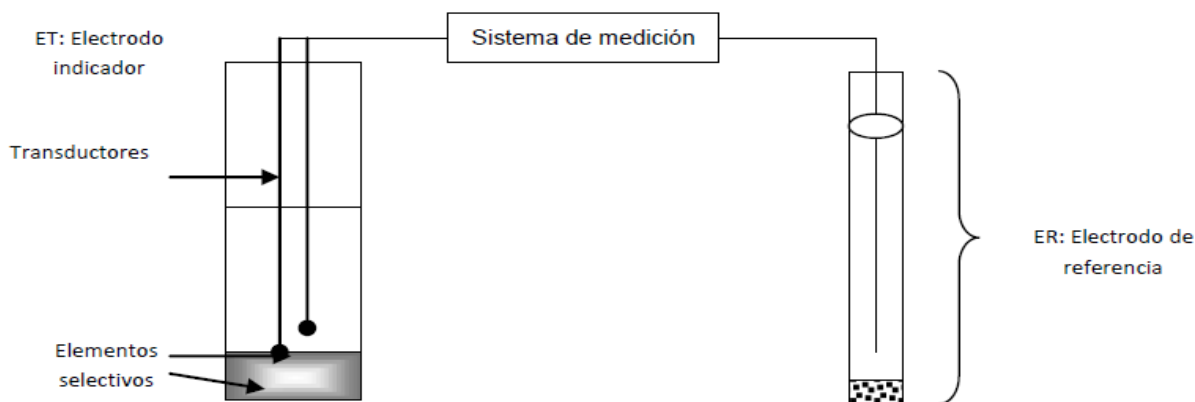


Figura 6.2 Arreglo básico para un ISE con monitoreo potenciométrico.

Aquellos ISE o biosensores que sólo miden un cambio de potencial en la interfase sensor-analito con respecto al electrodo de referencia se conocen como sensores o biosensores potenciométricos y el sistema de medida que requieren es un potenciómetro a corriente nula. Aquellos en los cuales se impone un potencial externo para electrotransformar algún producto de la interacción sensor-analito, requieren un transductor extra para cerrar el circuito de corriente de electrólisis. Éstos se conocen como biosensores amperométricos y requieren de un amperímetro como sistema de medición adicionalmente a una fuente de poder para llevar a cabo la electrólisis

6.3 PRINCIPIOS TEÓRICOS DE ELECTROQUÍMICA

El objetivo de la medición potenciométrica es obtener información acerca de la composición de una solución mediante la diferencia de potencial que aparece entre dos electrodos. Esta idea hace necesario el explicar los argumentos de potencial de electrodo.

Electrodo líquido-líquido

Suponiendo que se tiene una solución determinada a la que se le agrega una especie i , la reactividad de ésta se encuentra en función de la energía libre de solvatación, el potencial químico ($\mu = \Delta G_n$).

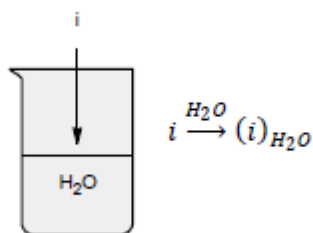


Figura 6.3 Interacción soluto-disolvente, proceso que ocurre al adicionar la especie i a una disolución acuosa.

Cuando ambas especies entran en contacto interfacial, aparece una interfase saturada, una sobre la otra. En dicha estructura se forma una interfase cargada (interfase eléctrica) conocida como electrodo, en la **Figura 6.4** se muestra dicho fenómeno de saturación. En el seno de la solución el balance de electroneutralidad se cumple.

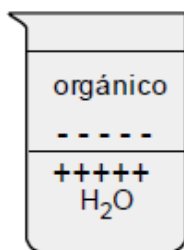


Figura 6.4 Electrodo o interfase eléctrica formada al llevarse a cabo un contacto interfacial entre la especie *i* en fase acuosa y orgánica.

Esta última ecuación de Nernst es la representación del potencial de electrodo para una interfase metal – líquido.

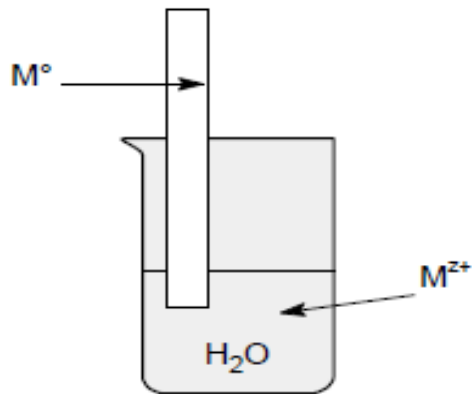


Figura 6.5 Electrodo formado al ponerse en contacto un metal con una solución acuosa.

6.4 REACCIÓN REDOX

6.4.1 Carga eléctrica

Existen dos tipos de carga eléctrica las positivas y las negativas, a los electrones se les asocia una carga negativa y a los protones se les asocia una carga positiva, las cargas del mismo signo se repelen mutuamente, cargas con signo contrario se atraen mutuamente.

Principio de conservación de la carga eléctrica.

“La Carga ni se crea ni se destruye sólo se transfiere”¹

Se representa con la letra q , su unidad en el SI es el Coulomb.

Coulomb= Ampere*segundo

La carga está cuantizada, es decir no está fraccionada.El valor de la carga del electrón es -1.6×10^{-19} Coulomb.

En la **Ecuación 6.1** muestra la constante de Faraday y su relación con la carga eléctrica y la molaridad.

Constante de Faraday

$$q = n \cdot F$$

Donde:

q = coulombs

n = moles

F = coulombs/mol

Así que la constante de la carga eléctrica de un electrón se expresa “ q ” la constante de Faraday

$$q = 1.60217733 \times 10^{-19} \text{ coulombs}$$

De esta manera, la cantidad de electrones en un mol se define en la ecuación de Faraday.

Constante de electrones en un mol.

$$\frac{n}{q} = 9.6485309 \times 10^4 \text{ c/mol}^{-1}$$

6.4.2 Corriente eléctrica

Cuando hay un diferencial de potencial en dos sustancias, y tienen contacto físico, existe un flujo de electrones para que el diferencial de potencial sea reducido, logrando que estas tiendan al equilibrio. A este flujo de corriente se le conoce como corriente eléctrica y se mide en amperes (A). Donde un ampere, se define como 1 C/s. De esta manera el flujo de corriente es afectado principalmente por la cantidad de moles donde se encuentra el diferencial de potencial, y la cantidad de moles expresa indirectamente la cantidad de electrones que han de ser transferidos, es por esto que hay una relación directa entre la corriente eléctrica y la velocidad con la reacción de dos sustancias (Harris, 2006). Esta igualdad se expresa relación entre corriente y, moles por segundo.

$$\text{Corriente} = \frac{\text{coulombs}}{\text{segundo}} = \frac{q}{s} = \frac{nF}{s} = \frac{n}{s} F = \frac{\text{moles}}{\text{segundo}} \cdot F$$

Así que, si se mide la corriente eléctrica de una reacción, se conoce la velocidad en la que la reacción logra el punto de equilibrio, entonces se pueden determinar los moles de la sustancia.

6.4.3 Potencial eléctrico

Entre dos sustancias, donde una puede recibir electrones y la otra puede proveer electrones, la potencia con la que tienden al equilibrio en caso de entrar en contacto para permitir el flujo de electrones, se le conoce como potencial eléctrico, y se mide en Volts (V) (Harris, 2006). El potencial eléctrico, la resistencia y la intensidad, están relacionados a través de la Ley de Ohm.

Ley de Ohm, Intensidad.

$$I = \frac{E}{R}$$

Donde:

I = Intensidad (A)

E = Potencial eléctrico (V)

R = Resistencia (Ohms)

De la fórmula del potencial eléctrico se puede obtener el voltaje despejándolo, y a su vez, su relación en el tiempo, puesto que la conductividad de los materiales depende del tiempo y de la temperatura a la que se encuentre, entre otras cosas. Un potenciómetro químico funciona midiendo el voltaje y calculando el amperaje del circuito, expresado en la ley de ohm, resistencia $R = E/I$

De usar un multímetro eléctrico convencional, este lo calcularía a partir de la resistencia y de la intensidad de la corriente en la disolución.

6.4.4 Ecuación de Nernst

Para determinar el potencial de reducción de un electrodo que no está en condiciones estándar se usa la ecuación de Nernst, expresada en la ecuación 5.3 La condición estándar significa, concentración de 1 M, presión de 1 atm, a temperatura de 298 K (González Vázquez, 2011).

Ecuación 6.3 de Nernst

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln(Q)$$

Donde:

E = Potencial

E^0 = potencial del electrodo en condición estándar.

R = constante de los gases

T = temperatura absoluta

n = cantidad de moles de electrones en la reacción

F = constante de Faraday

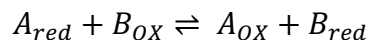
Q = cociente de reacción correspondiente.

6.4.5 Reacción Redox

Las reacciones químicas pueden ser divididas en dos, en inorgánicas y orgánicas. A su vez, las inorgánicas se pueden dividir en reacciones ácido-base para facilitar el estudio, aquellas que se describen por la transferencia de protones entre las sustancias, las de complejación y las reacciones de oxidación-reducción, también llamadas Redox.

Las reacciones Redox son aquellas en las que hay transferencia de electrones entre dos agentes, a uno se le llama agente oxidante, que es aquel que atrae electrones, y la segunda es el agente reductor, que es aquel que dona electrones (Skoog, 2015). De esta manera, en las reacciones Redox siempre se debe encontrar el agente oxidante y el reductor. Así una reacción Redox se describe en 5.4.

Ecuación 6.4 Reacción Redox.



Donde:

A_{red} , forma reducida del agente A.

B_{ox} , forma oxidada del agente B.

A_{ox} , forma oxidada del agente A.

B_{red} , forma reducida del agente B.

En la ecuación, se muestra la reacción del agente A que de ser una especie reductora que ha donado electrones, se ha convertido en un agente oxidante; y de la misma manera pero inversamente para el agente B.

La reacción Redox se puede desencadenar por la unión física de los agentes, o sin la unión física a través de una celda electroquímica, esto es cuando los agentes no están en contacto, pero hay un puente entre ellos por el que pueden viajar los electrones, como lo puede ser un puente salino.

En la **figura 6.6**, se muestra una celda electroquímica con dos disoluciones, una oxidante y un reductor, **sí la resistencia del circuito es infinita, entonces no habría flujo de electrones, aunque si potencial eléctrico.**

Como las disoluciones no están unidas eléctricamente, no habría equilibrio de carga eléctrica. Sí, la resistencia del circuito fuera baja, entonces el flujo de electrones sería posible, por lo tanto, hay potencial eléctrico por un momento y flujo de corriente calculable en amperaje.

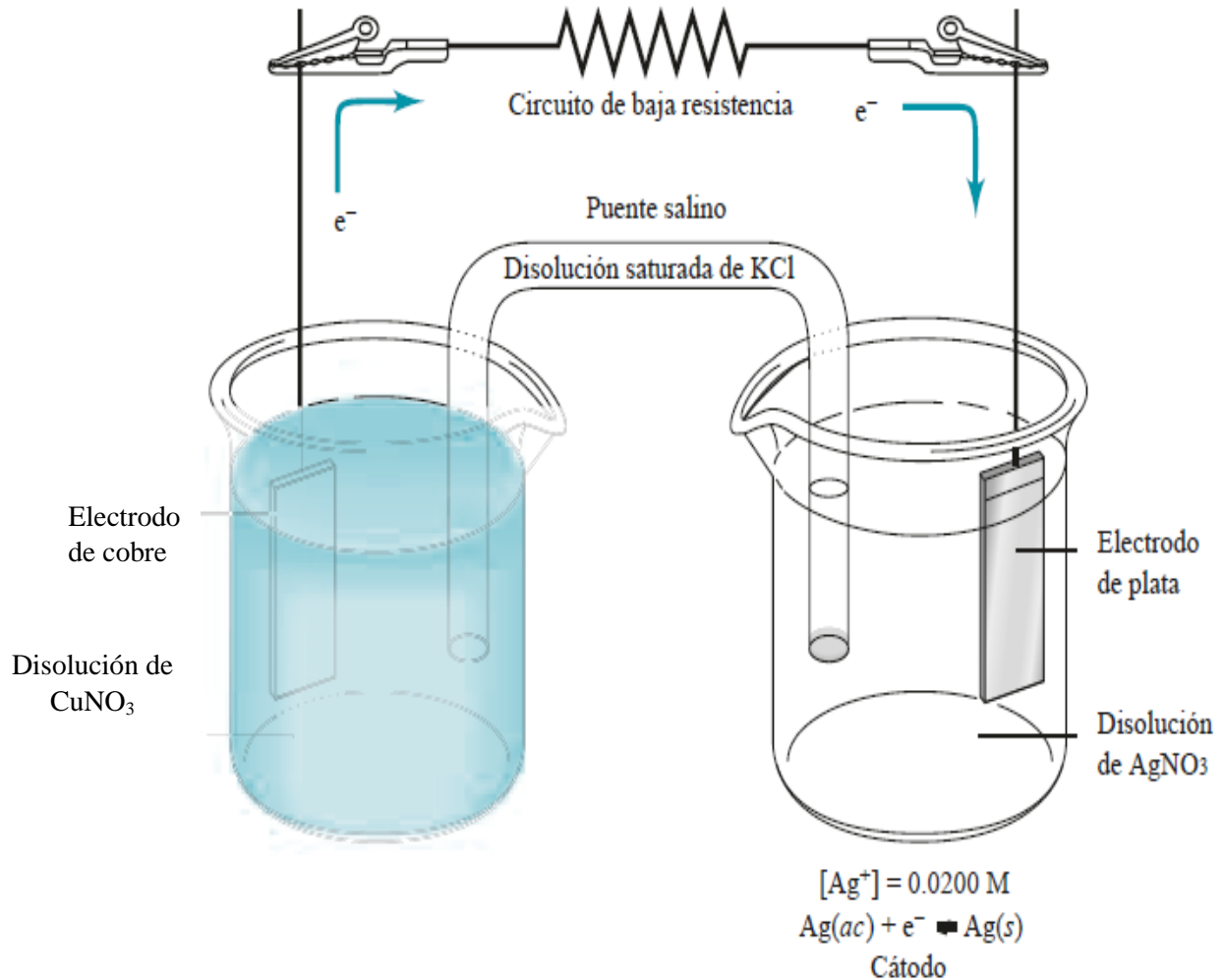


Figura 6.6 Celda galvánica Recuperado de Fundamentos de química analítica, Skoog (2015).

La reacción sucede en variación respecto del tiempo, independientemente si los agentes están en contacto o no. En una celda electroquímica, con agente oxidante y reductor, se encuentra un puente eléctrico de baja resistencia, la velocidad de transferencia de electrones será más lenta que la de un superconductor, y se podrá apreciar la tasa de cambio con un multímetro como se muestra en la **figura 6.7**. Por ejemplo: las reacciones Redox tienden al equilibrio, y la velocidad para llegar al equilibrio de carga eléctrica depende del diferencial de potencial creado, de los moles de los agentes y de la conductancia del puente; este equilibrio sucede sólo cuando hay un puente entre los agentes. Este es el principio de las baterías.

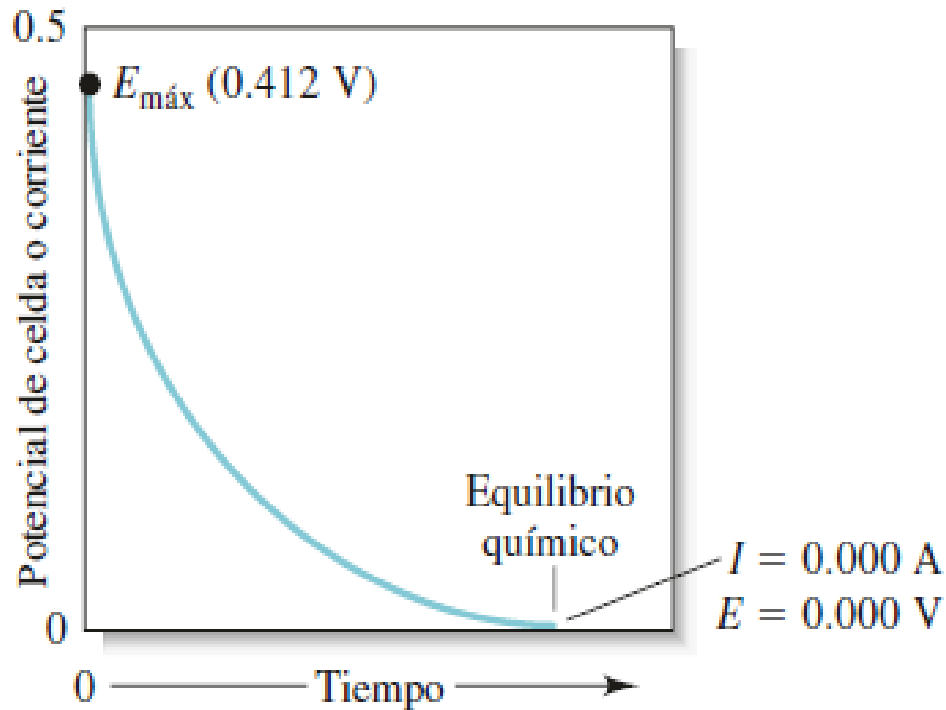


Figura 6.7 Equilibrio térmico y equilibrio eléctrico.

6.5 Electrodo

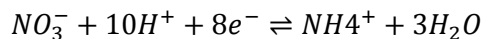
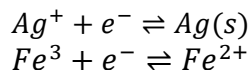
El estudio del equilibrio de cargas eléctricas en una reacción Redox se logra gracias a los electrodos, que son unos conductores, y que no son del mismo material de las disoluciones; para evitar que la disolución reaccione con ellos.

En general, para medir el potencial eléctrico de una celda electroquímica se necesitan de los siguientes elementos: dos electrodos, dos disoluciones (agente reactante y agente oxidante), un puente salino y un voltímetro.

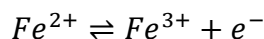
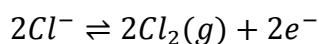
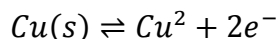
Los dos tipos de electrodos que existen son el cátodo y el ánodo.

El cátodo es el electrodo que se le coloca donde ocurre la reducción, y el ánodo donde sucede la oxidación; es por esto que el material del electrodo depende de la reacción que se requiera en la disolución, pues junto a la aplicación de un diferencial de potencial se puede obtener una reacción en materiales no reactivos; para esto los electrodos de diferentes materiales se necesitan estar intercambiado (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015).

Ejemplos de reacciones en el cátodo:



Ejemplos de reacciones en el ánodo:



Por lo tanto existen dos tipos de celdas electroquímicas, las galvánicas que almacenan el potencial eléctrico para después ser consumido por una resistencia; y las celdas electrolíticas que son aquellas que necesitan de una fuente externa para reaccionar.

La ventaja de las celdas electrolíticas es que pueden ser reversibles, esto significa que si se cambia la fuente externa de potencial, ocurren reacciones inversas haciendo que se revierta el equilibrio eléctrico y que se pueda crear una nueva reacción Redox.

En la **figura 6.8**, se aprecia el equilibrio de cargas respecto de los iones; en el puente salino los iones negativo se desplazan hacia el cátodo, mientras que los iones positivos se desplazan hacia el ánodo, pero el equilibrio de cargas sucede entre el lado positivo y el negativo, de manera que el flujo de corriente va del ánodo al cátodo (aunque la notación eléctrica lo exprese del (+) al (-) , en términos de amperaje).

Mientras las sustancias están reaccionando, el contacto de la disolución con los electrodos, está haciendo que los electrones viajen de ánodo a cátodo, y oxidando la disolución; y de la misma manera, en el (-), la reacción hace que los electrones se muevan hacia el (+) reduciendo la disolución.

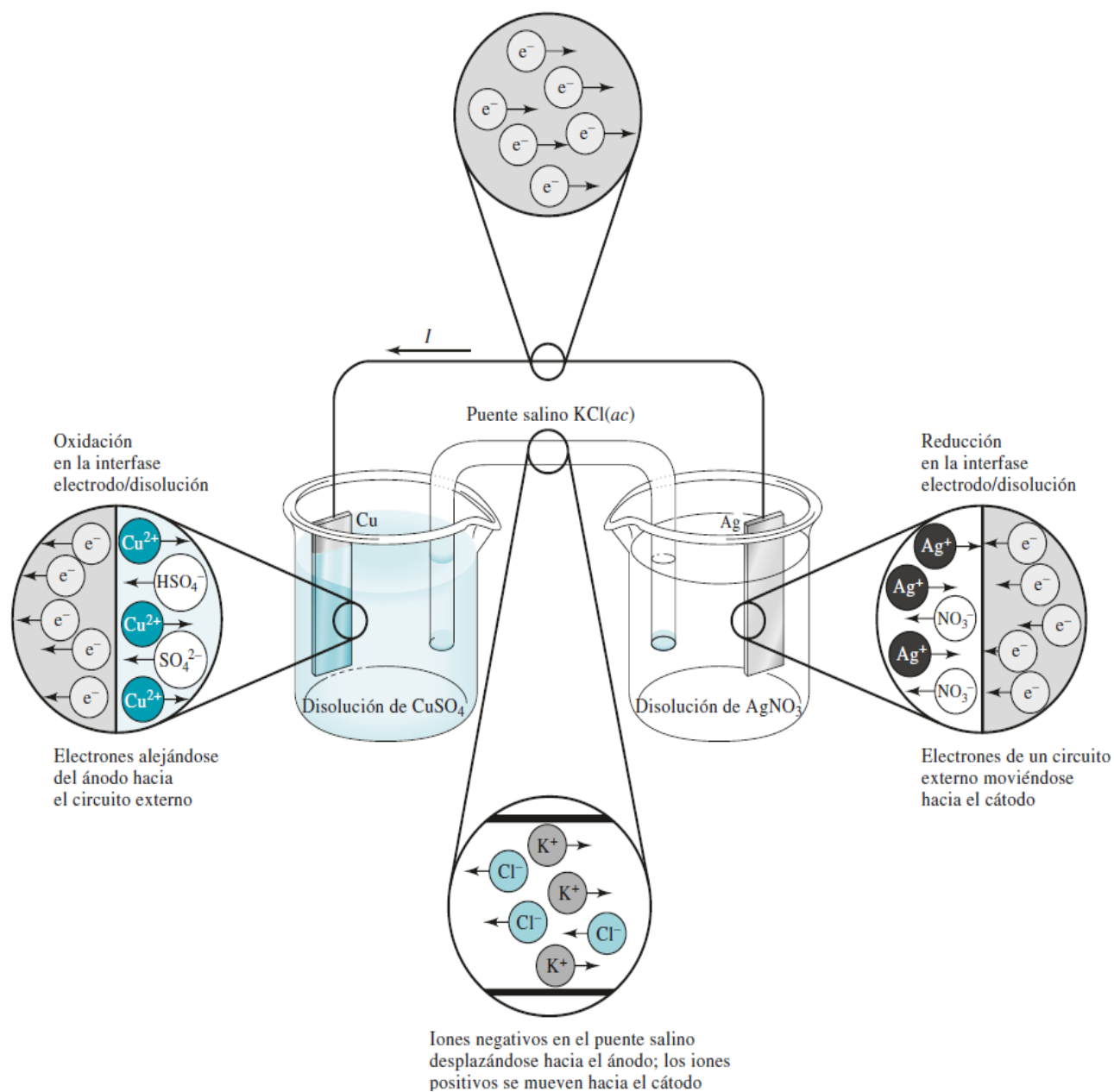


Figura 6.8 Movimiento de carga eléctrica en una celda galvánica. Recuperado de Fundamentos de química analítica. Skoog (2015.)

La medición del electrodo indicador depende de la lectura del electrodo de referencia, sin embargo, si se necesita saber la potencia de una disolución con dos agentes diferentes, se usan dos instrumentos, uno que responda a la actividad del analito, que se le llamará electrodo indicador, y un segundo electrodo que no reaccione sino que sirva de referencia al que se le llama electrodo de diferencia y así medir la potencia absoluta en la disolución (Harris, 2006) Y es que la medición de un potencial no es absoluta, si no que depende de una referencia a la que comúnmente se le llama tierra.

Comúnmente los electrodos son alambres que se sumergen en las soluciones, en la figura 5.9 se muestra este en una disolución de sustancias físicamente en contacto, en ella se puede observar el ánodo, el cátodo y el puente salino.

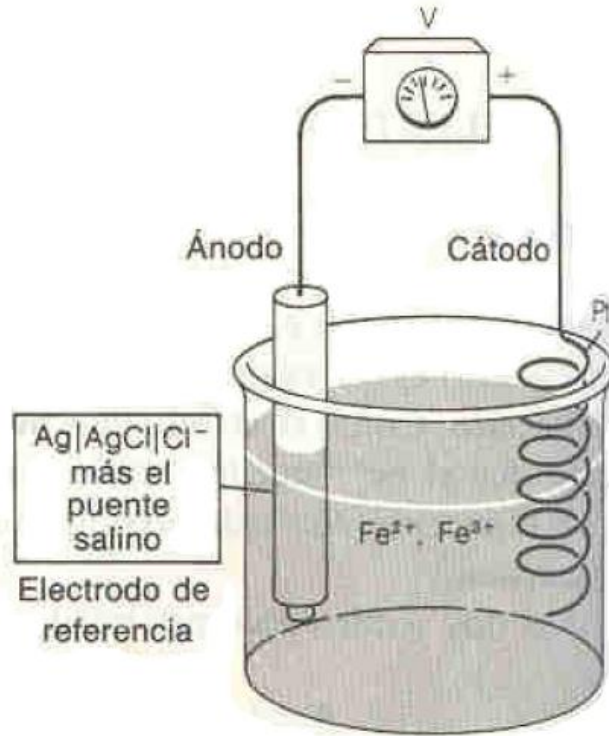


Figura 6.9 Electrodos en una sola solución con dos agentes unidos físicamente. Recuperado de Fundamentos de química analítica. Skoog (2015).

Cualquiera de los dos arreglos de electrodos que se tengan, ya sea el electrodo combinado, o el de la celda galvanica, la potencia final está dada por la siguiente ecuación.

Diferencial de potencial entre electrodos.

$$E = E_+ - E_-$$

Donde:

E = Potencia medio

E_+ = Potencial del primer electrodo

E_- = Potencial del segundo electrodo

El símbolo de los potenciales sólo indican el electrodo, no se toma como un valor negativo o positivo; por si el resultado es de la potencia media es positiva o negativo, solo indica la terminal a la que se le estuviera conectando a un potenciómetro, por lo que se debe de considerar como valor absoluto.

6.5.1 Electrodo de Plata-Cloruro de Plata

Los electrodos de referencia más comunes son los de electrodo de Plata-Cloruro, de Plata y los electrodos de Calomel. En la **figura 5.10**, se muestra la constitución de un electrodo Plata-Cloruro de Plata.

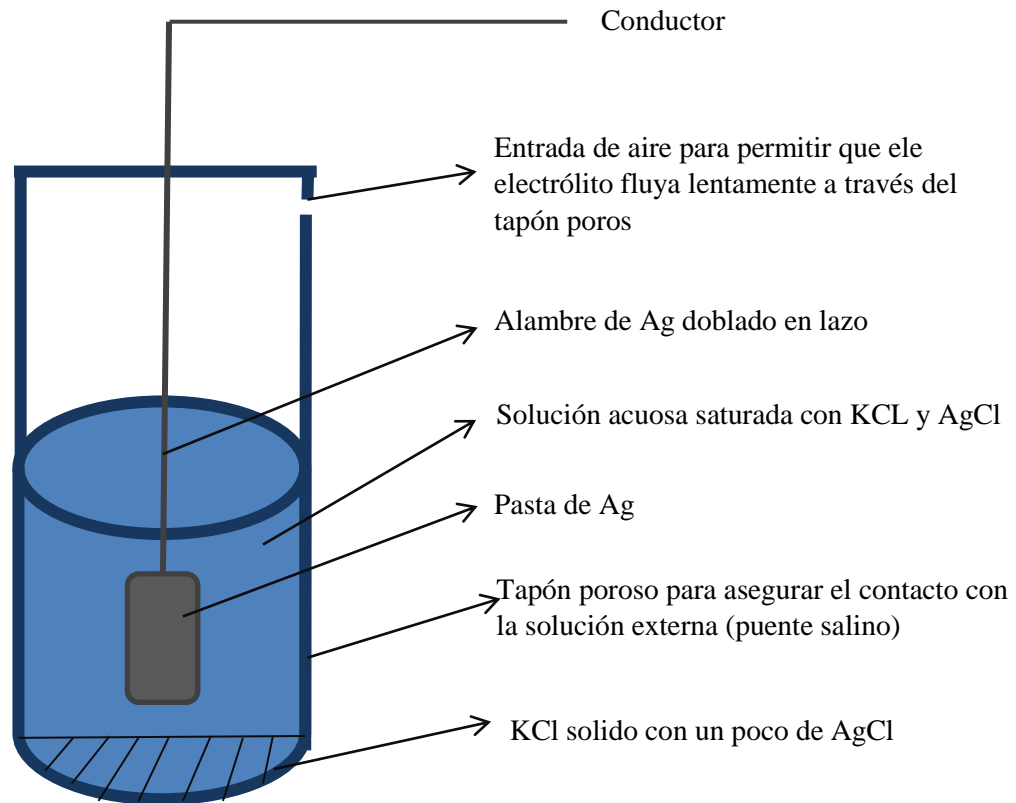
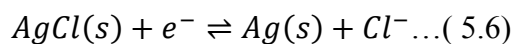


Figura 6.10 Constitución de un electrodo de plata-cloruro de plata. Recuperado de Análisis químico cuantitativo. Harris (2006).

La potencia del electrodo es estandarizada, para una reducción se expresa en la ecuación 15, donde el cociente de la actividad del cloruro es igual a 1, (por estar en estado solido). Al disociarse, del lado derecho de la igualdad el cociente de la actividad del cloruro es diferente de uno. Este potencial obtenido es el que se usa de referencia para calcular cualquier reacción y siempre es la misma.

Ecuación 6.5 Diferencial de potencial entre electrodos.



$$E^\circ = +0.222V$$

$$E(\text{saturado con } KCl) = +0.197V$$

Para conocer la potencia entre un electrodo indicador de plata y cierta reacción en una semicelda de referencia, primeramente se obtienen los voltajes por separado. Las reacciones en el electrodo indicador de plata se muestra en la ecuación 15, y la reacción en la semicelda de referencia se muestran en la ecuación 16.

Ecuacion6.6 Reacción de electrodo de plata.



Ecuación 6.7 Reacción de un electrodo como reducción.

$$E = (0.799 - 0.05916 \log 1/[Ag^+]) - \left(0.268 - \frac{0.05916}{2} \log [Cl^-]^2 \right)$$

El resultado de la operación se muestra en la ecuación 18. Que muestra la diferencia del potencial respecto de la concentración de Ag^+ en un factor de 10, a 59.16 mV, a 25°C.

Ecuación 6.8 diferencial de potencial.

$$E = 0.558 + 0.05916 \log [Ag^+]$$

6.5.2 Electrodo de platino

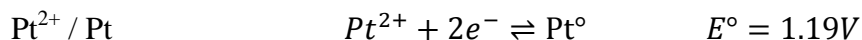
Se espera que los electrodos indicadores no tengan ninguna reacción química. Por lo tanto, se usa material que sea inerte y que no reaccione con las disoluciones; sin embargo es de esperar que intercambie los electrones entre los reactivos en la disolución. El platino, el oro, la plata y otros materiales tienen esa propiedad. (Harris, 2006).

Este tipo de electrodo es por sí mismo inerte; el potencial que desarrolla depende únicamente del potencial del sistema de oxidorreducción de la solución en la que está sumergido. Por ejemplo, el potencial en un electrodo de platino en una solución que contiene iones Ce (III) y Ce (IV) está dado por

$$E = E^{\circ}_{Ce^{3+}/Ce^{4+}} - 0,059 \cdot \log \left[\frac{[Ce^{4+}]}{[Ce^{3+}]} \right]$$

En consecuencia, un electrodo de platino puede servir como electrodo indicador en una titulación en la cual el reactivo patrón es una sal de Ce (IV)

Reacción de electrodo de platino



Las reacciones químicas, no sólo resultan en una variación potencial, sino que también en diversas expresiones de energía que de igual manera pueden ser cuantificadas y caracterizadas.

Existen versiones comerciales del electrodo de plata-cloruro de plata, por ejemplo el comercializado por la empresa Crison (2011), con aplicaciones para medir pH, Redox, y trabajar con electrodos ion-selectivos de F⁻ y Ca²⁺, con inconveniencias de que el electrolito de referencia debe de ser KCl 3M, y las soluciones deben de ser de baja conductividad o viscosas, y cuyas temperaturas deben de ser mayores a los 80°C; con un rango de trabajo de los 0 a los 100°C, su elemento de referencia son cristales de plata / cloruro de plata encapsulados, un diafragma cerámico, con un cuerpo de vidrio.

6.5.3 Microelectrodos

Los microelectrodos están elaborados de los mismos materiales que los electrodos convencionales, sólo que sus dimensiones son menos de 50 μm , con diferentes formas como disco, cilíndrico; existen arreglos en los que hay más de un microelectrodo y están acomodados en arreglos, combinando diferentes materiales como fibra de carbono, carbono vitrificado, platino, oro, etc. (Yáñez-Sedeño & Pingarrón, 2001). En la **figura 6.11** se muestra la estructura básica de un microelectrodo cilíndrico de fibra de carbono, el material del electrodo es de fibra de carbono, conectado a un hilo de cobre, aislados con la punta de la micropipeta, y el otro electrodo de mercurio o polvo de carbono.

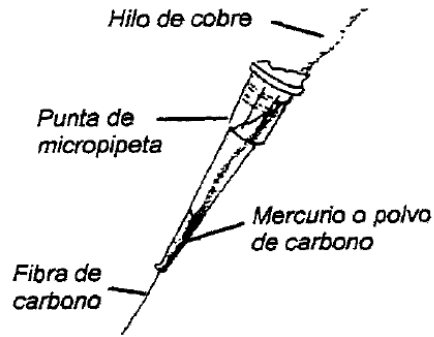


Figura 6.11 Estructura de un microelectrodo cilíndrico de fibra de carbono. Microelectrodos: nuevas posibilidades de la Electroquímica Analítica. Paloma Yáñez-Sedeño & Pingarrón (2001).

La diferencia con los electrodos convencionales es que las corrientes típicas que soportan son directamente proporcionales al tamaño de contacto del electrodo con el disolvente, llegando a una escala en el orden de los nanoamperios, por lo tanto las sustancias de los disolventes son más pequeñas. También la relación entre el amperaje y el voltaje medidos dependen del largo de la fibra que actuará como microelectrodo. La respuesta de la reacción, se puede ver en estado estacionario, como todas las sustancias de la disolución están en contacto con todo el microelectrodo es más fácil que se detecte una reacción; por esto mismo el tiempo de respuesta es muy rápido, las disoluciones se suelen comportar como un circuito eléctrico resistivo y conductivo, es por esto que su componente de inductancia hace que dependa del tiempo.

Es importante señalar que los microelectrodos tienen diferentes aplicaciones: ya sea en químicos o en sistemas biológicos, disoluciones en medios escasamente conductores, desarrollo de biosensores, etc.

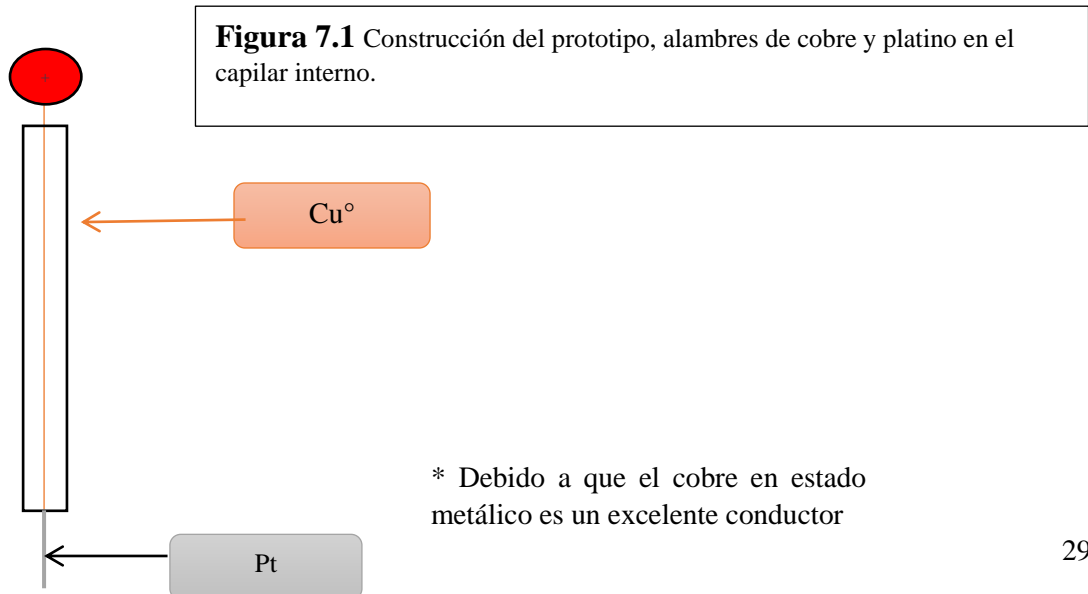
7. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

7.1 Construcción del microelectrodo combinado de Platino//Plata/Cloruro de plata

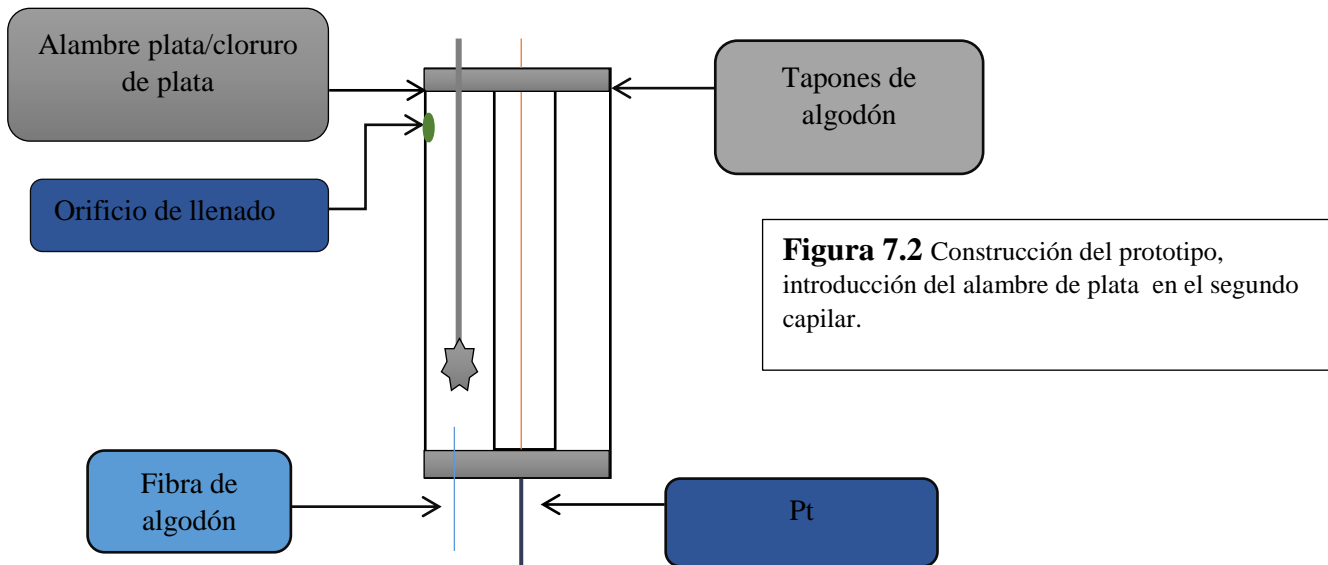
Tabla 7. 1 Materiales para la construcción del microelectrodo.

Sustancias Química	Material	Herramientas y Equipo
5 mL de disolución de Cloruro de Potasio (KCl) saturada.	5 cm de tubo capilar de vidrio de 0.2 cm de diámetro 4 cm de tubo de vidrio de 1 cm de diámetro con un orificio (1 mm aprox.) en la parte superior del tubo 2 cm de alambre de Platino 4 cm de alambre de Plata-Cloruro de Plata (tratamiento previo) 5 cm de alambre conductor (Cobre) 2 tapones de hule Cable coaxial RG-174/U (50 Ohm) 1 cm de hilo de algodón Cinta aislante y pegamento tipo Kola Loca ® 1 jeringa de 1 mL 1 conector BNC/RG-174	Pinzas ponchadoras Pinzas de corte Potenciómetro Multímetro

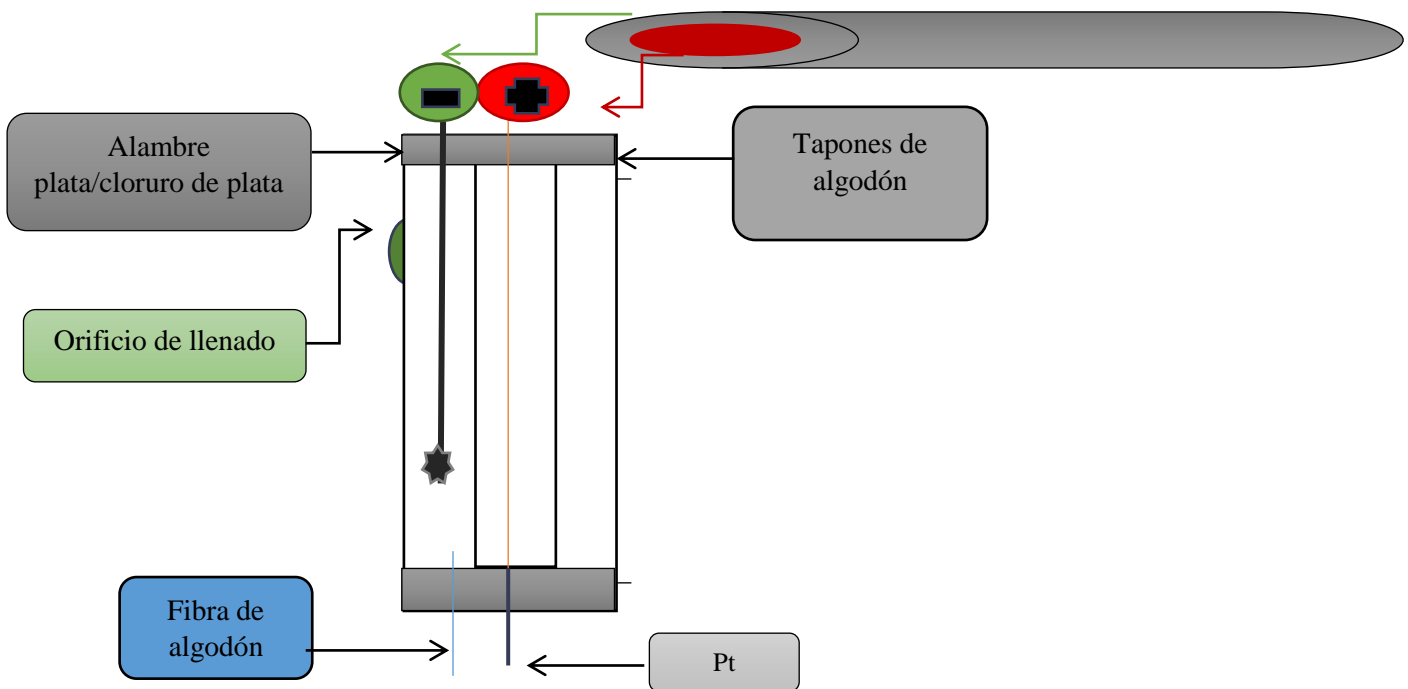
a) Unir el alambre conductor (Cobre) con el alambre de platino (trenzados), ingresar el cable en el tubo capilar de vidrio de 0.2 cm de diámetro, de forma que en los dos extremos sobresalga el alambre.



b) Ingresar el tubo capilar dentro del tubo de vidrio, colocar el hilo de algodón y el alambre de Plata/Cloruro de Plata como lo muestra la ilustración y cerrar con los tapones de hule.



c) En un extremo del cable coaxial separar el alambre interno del externo y unir (trenzados) el alambre interior con el sobresaliente del alambre conductor (cátodo) y el cable externo con el sobresaliente del alambre de Plata-Cloruro de Plata con el alambre exterior, asegurar con cinta aislante.



d) ("Crimpear"o ponchar; que significa "hacer funcional un cable de red con determinada norma para conectar dos dispositivos". el otro extremo del cable coaxial para que tenga la entrada BNC¹. (Entrada del potenciómetro)



Figura 7.4 Cable BCN.

e) Llenar al 85% aproximadamente el microelectrodo de solución de Cloruro de Potasio saturada por medio del agujero superior

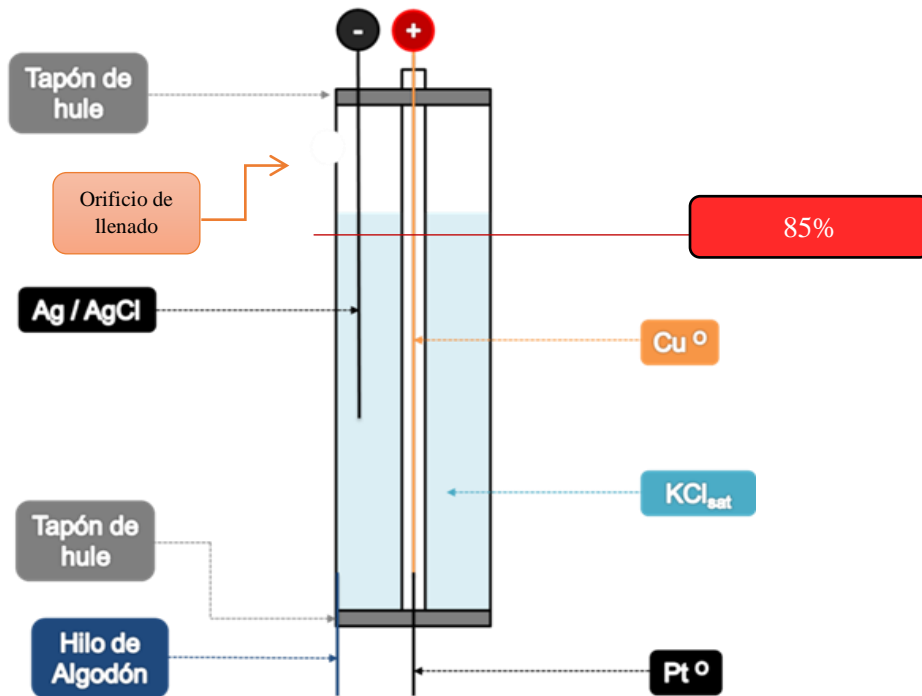


Figura 7.5 Esquema de microelectrodo.

¹ BNC: El conector BNC (Bayonet Neill-Concelman) es un tipo de conector, de rápida conexión/desconexión, utilizado para cable coaxial. El conector recibe su nombre por: el "cierre en bayoneta" y el nombre de sus dos inventores:

Paul Neill, de Bell Labs, inventor del "Conector N"; y,

Carl Concelman, ingeniero de Amphenol, inventor del "Conector C".

7.2 Prueba rápida de lectura

a) Colocar la punta del microelectrodo en alguna solución de electrolitos (en este caso FeSO_4), conectar el microelectrodo al multímetro y verificar que de una lectura estable.



Figura 7.6 Lectura rápida.

b) Posteriormente conectar el electrodo al potenciómetro y verificar que el potencial de lectura sea congruente con el potencial conocido de la sustancia.



Figura 7.7 Montaje experimental.

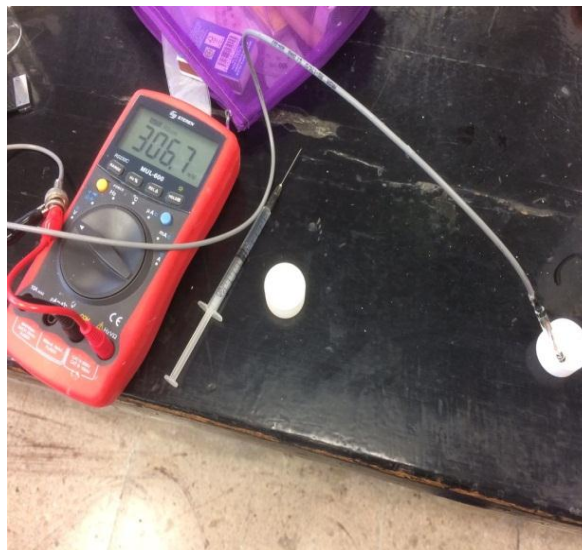


Figura 7.8 Conexión del BNC al multímetro.

7.3 Valoraciones potenciométricas

Tabla 7.2 Material para valoraciones potenciométricas.

Sustancias Químicas	Material de Laboratorio	Instrumentación	Equipo
250 mL de disolución de Sulfato de Fierro II (FeSO_4) 0.01 M.	2 Matraz Volumétrico de 250 mL.	1 Microelectrodo de platino	1 Multímetro
250 mL de disolución de Sulfato de Cerio IV ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$) 0.01M.	3 Vasos de Precipitados de 25 mL.	1 Electrodo de platino	1 Potenciómetro
15 mL de Ácido Sulfúrico diluido (H_2SO_4)	3 Vasos de Precipitados de 10 mL.	1 Balanza Analítica.	
	3 vasos de precipitado de 5 mL.	1 Termoagitador	
	1 Agitador magnético	2 Caimanes	
	1 Micro espátula		
	1 Soporte Universal y Pinzas.		
	1 Bureta de 10 mL		
	1 Pipeta volumétrica de 5 mL		
	1 Propipeta		

a) Preparar las soluciones de FeSO_4 y $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ ambas 0.01 M (revisar anexos para los cálculos estequiométricos).

b) Construir el montaje experimental de la (Figura 7.10), Colocar en la bureta de 10 mL la disolución de Ce IV [~ 0.01 M].

c) Tomar una alícuota de 5 mL de disolución de Fe (II) [~ 0.01 M], colocar en un vaso de precipitado de 25 mL.

d) Colocar el vaso de precipitado con la alícuota de Fe (II) debajo de la bureta con la disolución de Ce IV, (Figura 7.10).

e) Agregar volúmenes de 0.4 mL disolución de Ce (IV) [~ 0.01 M] hasta llegar a los 10 mL, y medir el potencial registrado por el electrodo de platino y el microelectrodo en cada adición. Mantener en agitación constante.



Fotografía 7.9 Demostración de la experimentación.

Se calcula el volumen de punto de equivalencia y concentración real de la disolución de Fe (II) (método de la primera derivada).

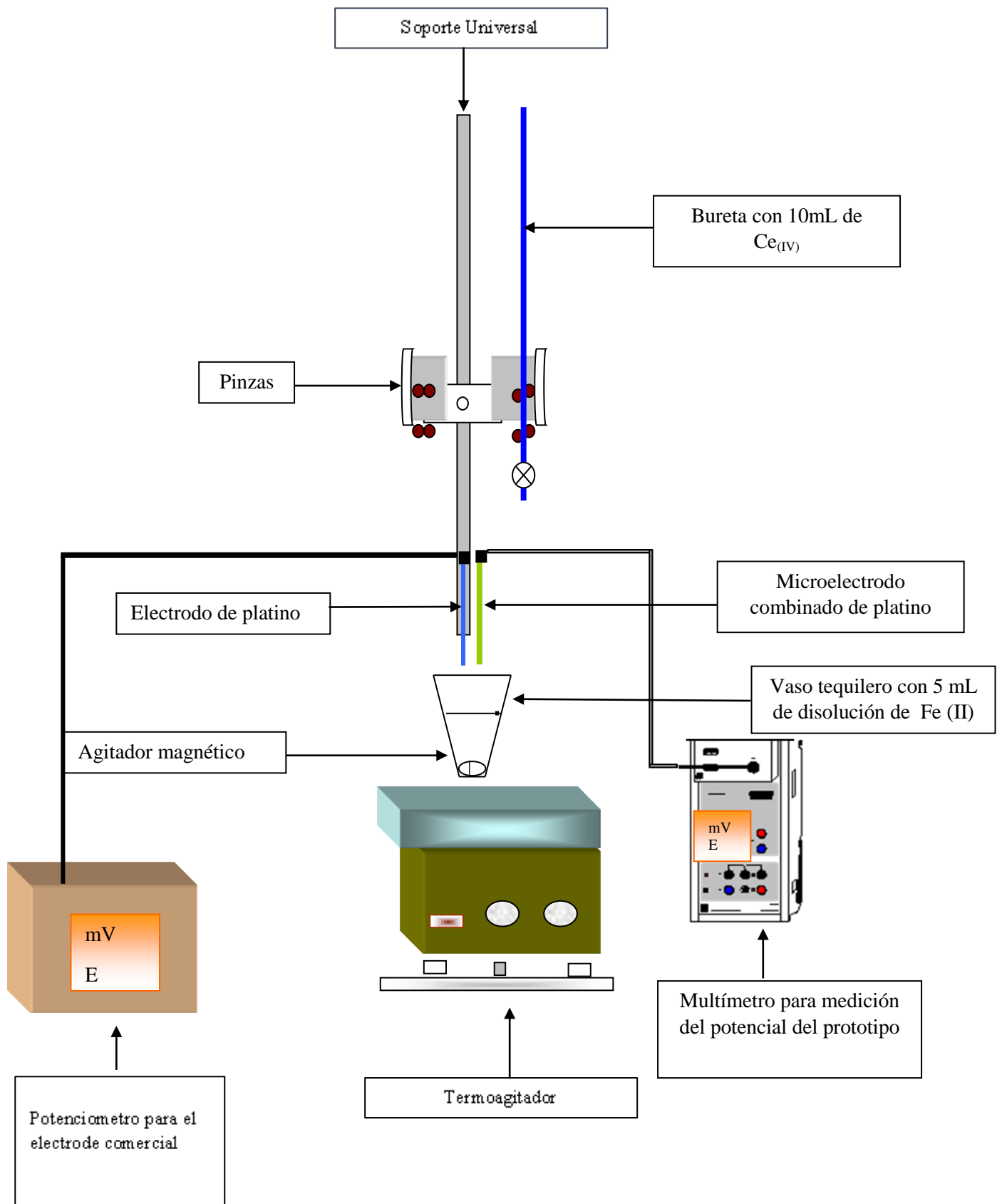


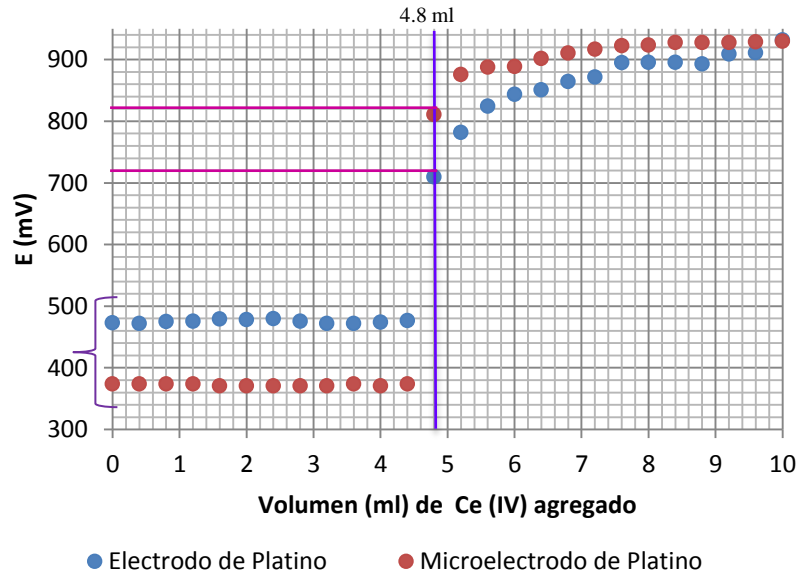
Figura 7.10 Montaje experimental para valoraciones potenciométricas

8. RESULTADOS EXPERIMENTALES

8.1 Microelectrodo (PROTOTIPO I)

Experimento 1				
	Electrodo de comercial		Microelectrodo (prototipo I)	
$V_{\text{regado Ce IV}}$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	473		374	
0,4	472	-2,5	374	0
0,8	475	7,5	374	0
1,2	476	2,5	374	0
1,6	479,2	8	371	-7,5
2	478,6	-1,5	371	0
2,4	480	3,5	371	0
2,8	476	-10	371	0
3,2	472	-10	371	0
3,6	472	0	374	7,5
4	474	5	371	-7,5
4,4	476,8	7	374	7,5
4,8	710	583	811	1092,5
5,2	782	180	876	162,5
5,6	824,7	106,75	888	30
6	844	48,25	889	2,5
6,4	851	17,5	902	32,5
6,8	864,7	34,25	911	22,5
7,2	872	18,25	917	15
7,6	895	57,5	923	15
8	896	2,5	924	2,5
8,4	896	0	928	10
8,8	893	-7,5	928	0
9,2	909	40	928	0
9,6	911,3	5,75	929	2,5
10	932	51,75	930	2,5

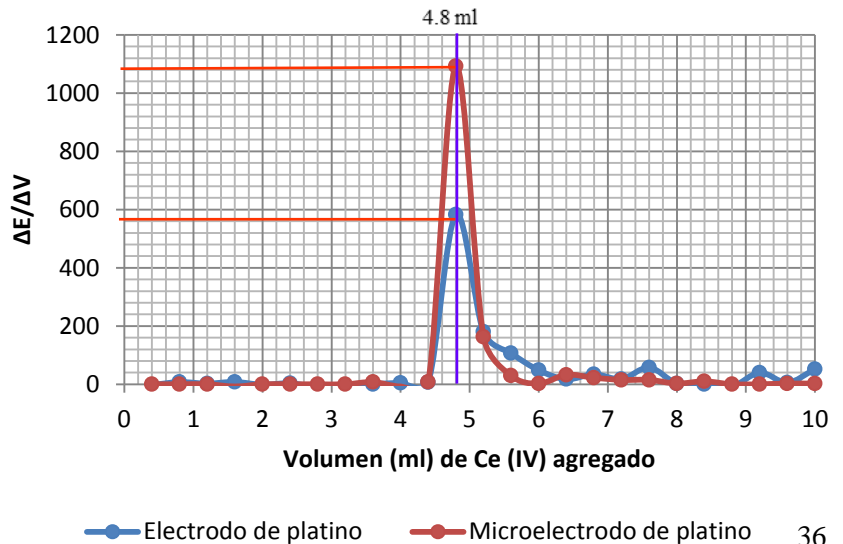
Gráfica 1.1 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO I



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el V_{PE} volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

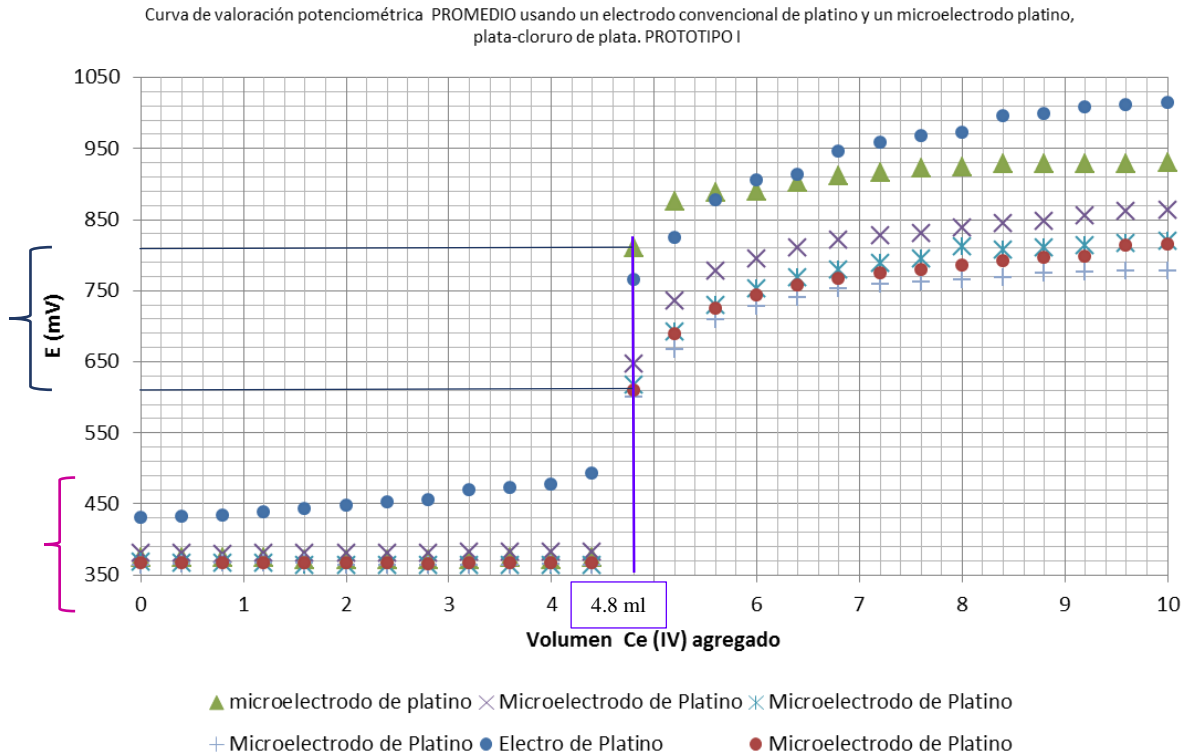
Se observa que el potencial del EP es de 710 mV y el ME 811 mV

Gráfica 1. 2 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO I



En la segunda **gráfica 1.2** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

En la siguiente grafica, observaremos que se encuentran las cinco valoraciones del prototipo No.1 ademas de una del electrodo platino(convencional).



Se puede observar que su comportamiento es similar, a pesar de que tienen pequeñas diferencias entre los inicios y los finales de la valoración; cumple su propósito.

En todos los casos el V_{PE} es de 4.8 ml, lo que significa que su desviación matemáticamente no existe y el prototipo cumple perfectamente su función.

También en la gráfica se puede observar que los potenciales E (mV) están dentro de un rango no mayor a 100mV por lo cual al no ser una diferencia grande, por lo cual no afecta el comportamiento de la lectura y el seguimiento de la valoración REDOX.

Los valores de inicio del potencial van de los 350mV a los 450 mV para tener un E_{PE} de los 610 mV a los 710 mV; Un rango que va muy acorde con el inicio de la valoración, que de igual manera oscila en los 100mV de diferencia.

Es decir; que los resultados del prototipo No. 1 confirman que es un instrumento adecuado que tiene un comportamiento similar al electrodo de platino empleado.

Y que por lo tanto puede ser utilizado para el seguimiento de una valoración REDOX con estas características, y que sus resultados son confiables.

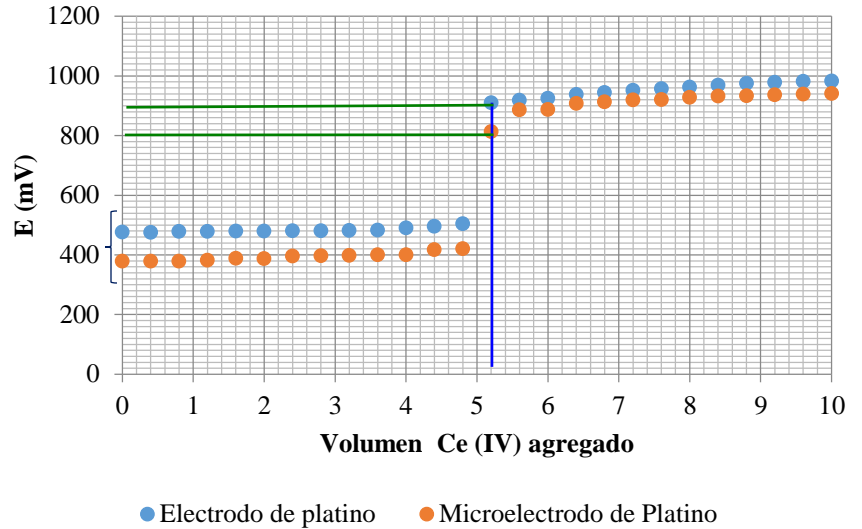
El resto de las gráficas se localizan en el **ANEXO I**.

8.2 Microelectrodo 2

Experimento 1				
$V_{\text{gregado Ce IV}}$	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo II)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	476		378	
0,4	475	-2,5	378	0
0,8	478	7,5	378	0
1,2	478	0	381	7,5
1,6	479	2,5	388	17,5
2	479,2	0,5	387	-2,5
2,4	480	2	395	20
2,8	480	0	396	2,5
3,2	481	2,5	397	2,5
3,6	482	2,5	399	5
4	490	20	400	2,5
4,4	495	12,5	417	42,5
4,8	503	20	420	7,5
5,2	909	1015	812	980
5,6	918	22,5	886	185
6	924	15	887	2,5
6,4	937	32,5	907	50
6,8	943	15	912	12,5
7,2	951	20	919	17,5
7,6	956	12,5	920	2,5
8	962	15	927	17,5
8,4	968	15	932	12,5
8,8	975	17,5	933	2,5
9,2	978	7,5	936	7,5
9,6	981	7,5	938	5
10	982	2,5	940	5

En la segunda **gráfica 2.2** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

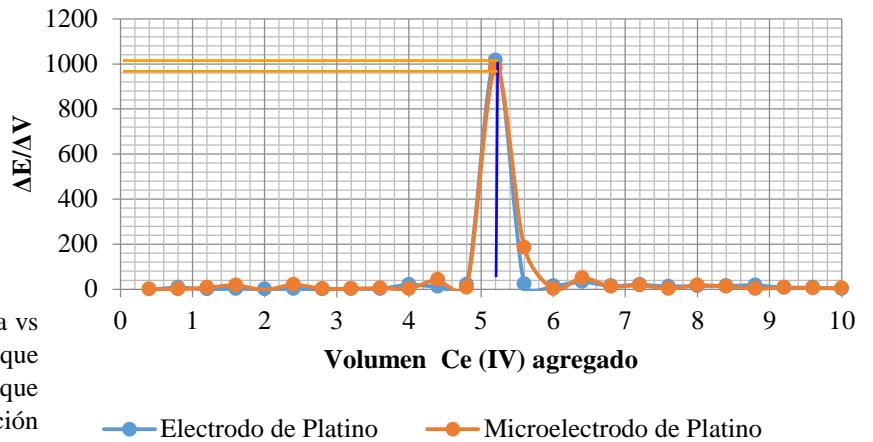
Gráfica 2.1 Curva de valoración potenciométrica de 5 mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO II



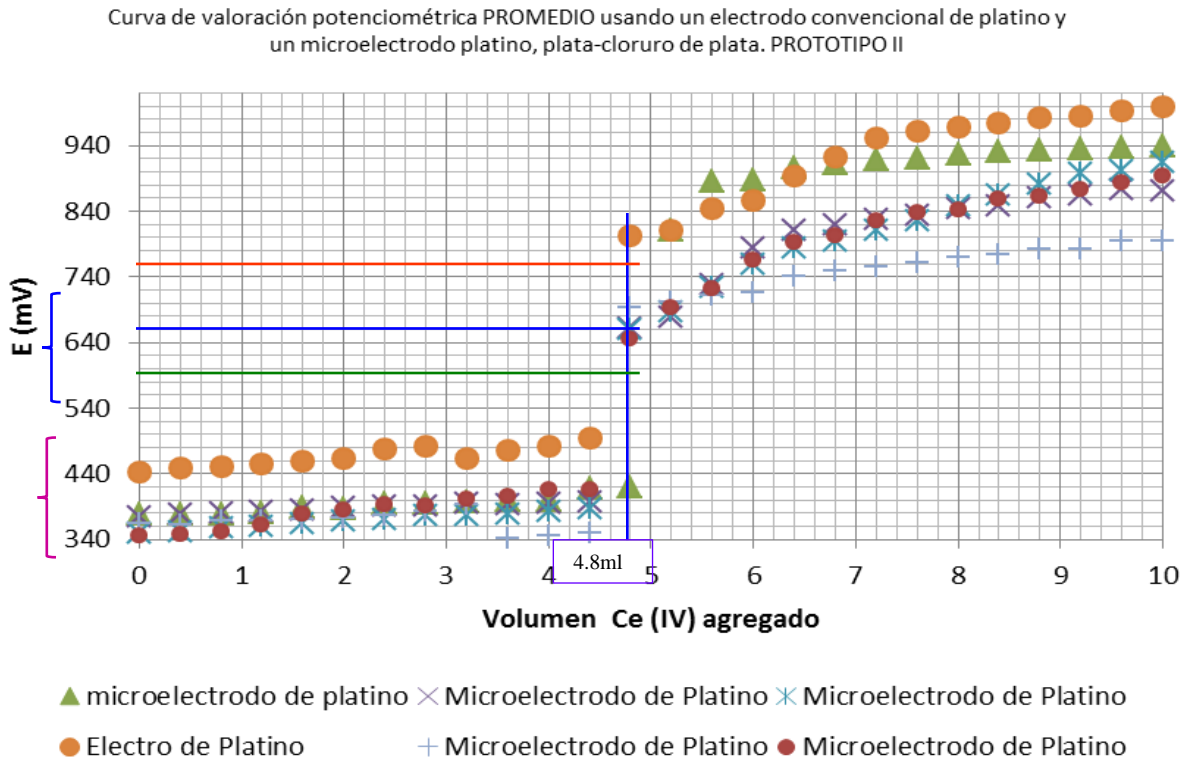
En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **5.2 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

SE observa que el potencial del EP es de **909mV** y el ME **812 mV**

Gráfica 2.2 Primera derivada de 5 mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO II



En la siguiente grafica, observaremos que se encuentran las cinco valoraciones del prototipo No.2 ademas de una del electrodo platino(convencional).



Se puede observar que su comportamiento es similar, a pesar de que tienen pequeñas diferencias entre los inicios y los finales de la valoración; cumple su propósito.

En todos los casos el V_{PE} es de 4.8 ml y la segunda valoración de 5.2 ml siendo 4 ml un valor pequeño, lo que significa que su desviación matemáticamente es pequeña y el prototipo cumple perfectamente su función.

También en la gráfica se puede observar que los potenciales E (mV) están dentro de un rango no mayor a 100mV por lo cual al no ser una diferencia grande, por lo cual no afecta el comportamiento de la lectura y el seguimiento de la valoración REDOX.

Los valores de inicio del potencial van de los 340mV a los 440 mV para tener un E_{PE} de los 650 mV a los 690 mV; Un rango que va muy acorde con el inicio de la valoración, que de igual manera oscila en los 40mV de diferencia, esto si no contamos el electrodo convencional que llega a 800 mV

Es decir; que los resultados del prototipo No. 2 confirman que es un instrumento adecuado que tiene un comportamiento similar al electrodo de platino empleado.

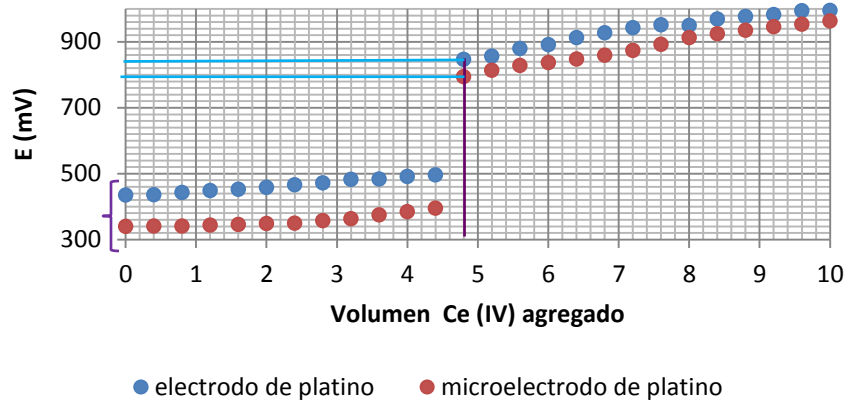
Y que por lo tanto puede ser utilizado para el seguimiento de una valoración REDOX con estas características, y que sus resultados son confiables.

El resto de las gráficas se localizan en el **ANEXO II**.

8.3 Microelectrodo 3

Experimento 1				
	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (Prototipo III)	
Vagregado Ce IV	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	434		339	
0,4	435	2,5	340	2,5
0,8	442	17,5	340	0
1,2	448	15	343	7,5
1,6	452	10	345	5
2	458	15	348	7,5
2,4	465	17,5	349	2,5
2,8	471	15	357	20
3,2	482	27,5	362	12,5
3,6	483	2,5	374	30
4	491	20	384	25
4,4	496	12,5	395	27,5
4,8	846	875	794	997,5
5,2	856	25	813	47,5
5,6	879	57,5	828	37,5
6	891	30	836	20
6,4	912	52,5	847	27,5
6,8	927	37,5	859	30
7,2	942	37,5	873	35
7,6	951	22,5	892	47,5
8	949	-5	912	50
8,4	968	47,5	924	30
8,8	976	20	934	25
9,2	982	15	945	27,5
9,6	994	30	953	20
10	995	2,5	963	25

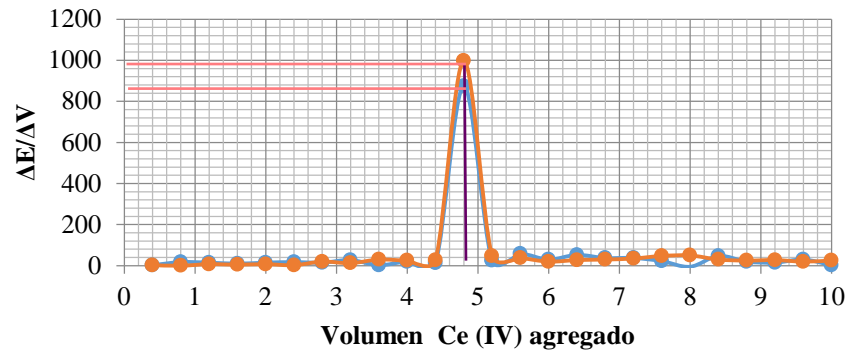
Gráfica 3.1 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de fierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO III



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de $Ce_{(IV)}$ y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

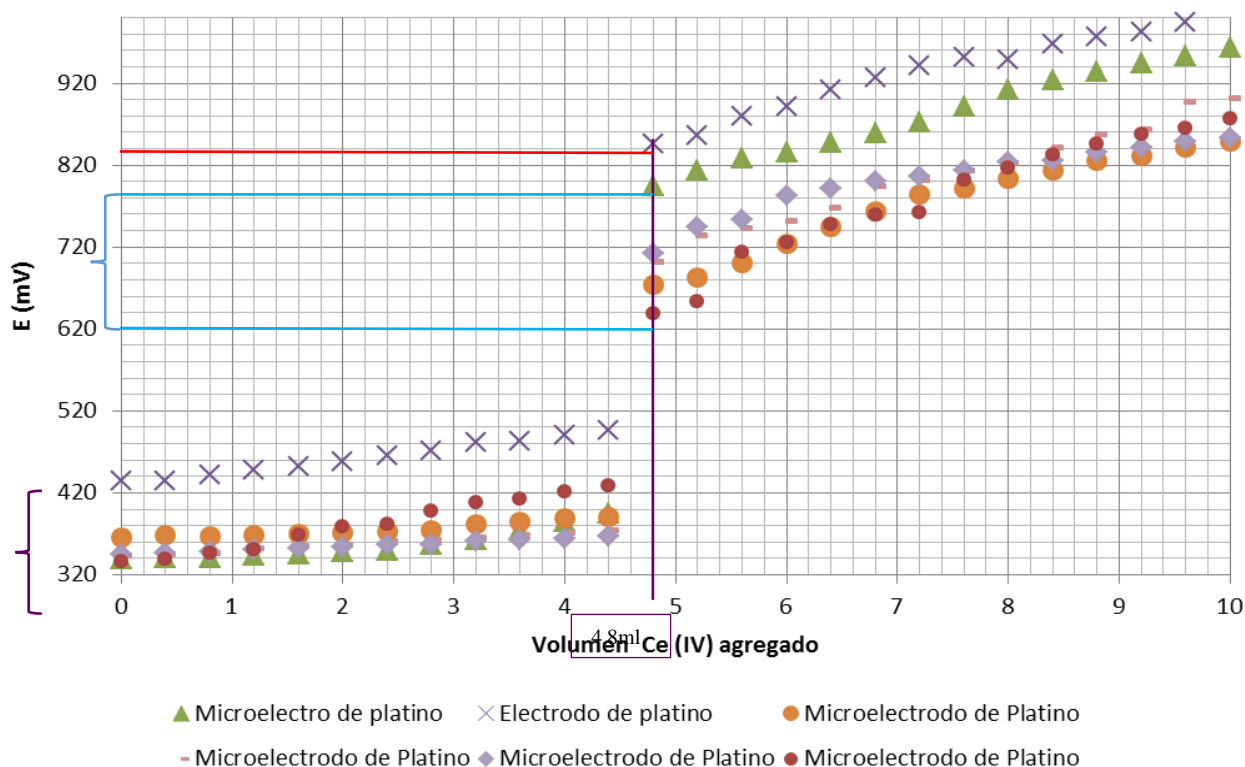
Se observa que el potencial del EP es de **846mV** y el ME **794mV**

Gráfica 3.2 Primera derivada de 5mL de Sulfato de fierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 1 PROTOTIPO III



En la segunda **gráfica 3.2** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Curva de valoración potenciométrica PROMEDIA usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. PROTOTIPO III



Se puede observar que su comportamiento es similar, a pesar de que tienen pequeñas diferencias entre los inicios y los finales de la valoración; cumple su propósito.

En todos los casos el V_{PE} es de **4.8 ml**, lo que significa que su desviación matemáticamente no existe y el prototipo cumple perfectamente su función.

También en la gráfica se puede observar que los potenciales E (mV) están dentro de un rango no mayor a 100mV por lo cual al no ser una diferencia grande, por lo cual no afecta el comportamiento de la lectura y el seguimiento de la valoración REDOX.

Los valores de inicio del potencial van de los 320mV a los 420 mV para tener un E_{PE} de los 640 mV a los 800 mV; Un rango que va muy acorde con el inicio de la valoración, que de igual manera oscila en los 160mV de diferencia. Esto puede deberse a que no se le dio suficiente tiempo para que estuviera estable el multímetro.

Sin embargo muestra el mismo modelo matemático y no afecta el V_{PE} .

Es decir; que los resultados del prototipo No. 3 confirman que es un instrumento adecuado que tiene un comportamiento similar al electrodo de platino empleado.

Y que por lo tanto puede ser utilizado para el seguimiento de una valoración REDOX con estas características, y que sus resultados son confiables. El resto de las gráficas se localizan en el

ANEXO III.

9. ANALISIS DE RESULTADOS

Tabla 9.1 Volumen y potencial de punto de equivalencia promedio y desviación estándar PROTOTIPO I, en esta tabla se puede ver como los volúmenes de punto de equivalencia V_{pe} son iguales, lo que quiere decir tienen un comportamiento similar en todas las pruebas.

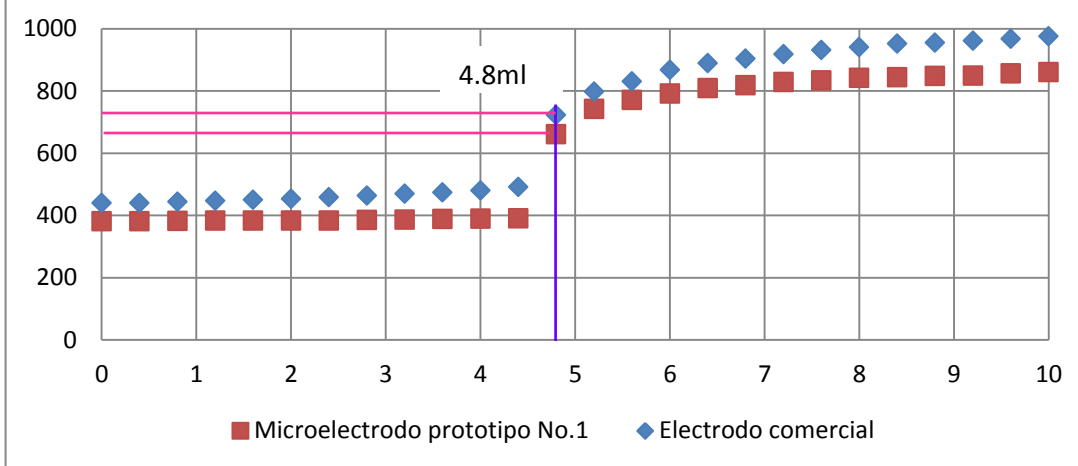
Experimento	Electrodo de platino		Microelectrodo platino, plata-cloruro de plata	
	V_{pe} electrodo (mL Ce 0.01056M)	E_{pe} (mV)	V_{pe} (mL Ce 0.01056M)	E_{pe} (mV)
1	4,8	710	4,8	811
2	4,8	667	4,8	647
3	4,8	726	4,8	618
4	4,8	743	4,8	600
5	4,8	765	4,8	610
Promedio \bar{x}	4,8	722,2	4,8	657,2
Desviación estándar	0	33,09017981	0	78,47904179

Como se puede observar en la siguiente gráfica, que es un promedio de las 5 valoraciones del prototipo número 1 y como estas tienen un comportamiento similar, entre ellas y con respecto al electrodo comercial de platino. Todas ellas muestran el comportamiento similar, comienzan en un rango de 360 a 440 mV. Estas diferencias pueden ser por dos motivos principalmente, el prototipo no tiene como tal una membrana o una tapa porosa por el cual se haga la transferencia del KCl a la solución (el vaso cóncavo) si no que el prototipo ocupa un hilo de algodón que se encarga de hacer la misma función.

Para que tenga una buena estabilidad y la lectura sea correcta, el hilo debe estar totalmente humectado por la solución del KCl, en caso de no estar al 100% humectado puede existir variación en las mediciones.

El segundo motivo es que no se le diera el tiempo suficiente para estabilizarse en cada lectura.

Grafica comparativa del E promedio del microelectrodo vs electrodo comercial



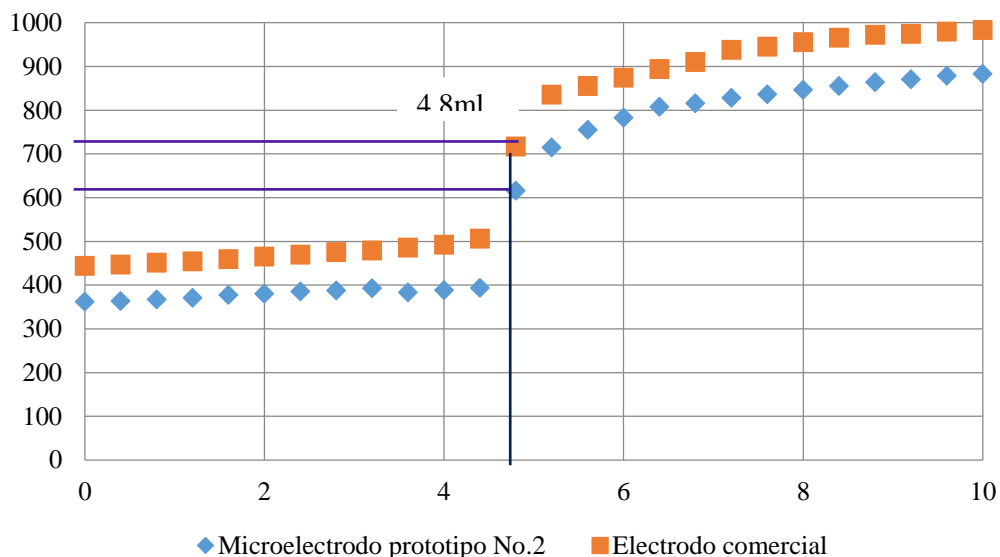
Los E promedio son bastante similares:
 ME:661.2mv
 EC: 722.2 mV
 ES decir una diferencia de 61mV que es bastante baja

Tabla 9.2 Volumen y potencial de punto de equivalencia promedio y desviación estándar PROTOTIPO II

Experimento	Electrodo de platino		Microelectrodo platino, plata-cloruro de plata	
	Vpe electrodo (mL Ce 0.01056M)	Epe (mV)	Vpe (mL Ce 0.01056M)	Epe (mV)
1	5.2	503	4,8	420
2	4,8	668	4,8	662
3	4,8	818	4,8	659
4	4,8	802	4,8	693
5	4,8	794	4,8	645
Promedio \bar{x}	4,8	717	4,8	615.8
Desviación estándar	0	119,626084	0	110,849899

De igual manera en el segundo prototipo tiene un comportamiento aceptable, los Vpe son iguales y su lectura inicial es similar, como lo es su comportamiento en el salto. En la siguiente grafica se puede expresar como su comportamiento es similar al electrodo comercial de platino, así como sus Vpe.

Gráfica comparativa del E promedio del microelectrodo prototipo No.2 vs Electrodo comercial



Los E promedio son bastante similares:

ME: 615.8mV

EC: 717mV

ES decir una diferencia de 101.8mV que es relativamente baja

El segundo prototipo tiene un comportamiento similar, y diferencias no significativas que no afectan el objetivo primordial del instrumento que es calcular un V_{PE} confiable y un seguimiento de una reacción REDOX, además la lecturas del prototipo son estables y concuerdan con modelo del electrodo comercial; por lo que el prototipo es adecuado y de el se pueden obtener resultados confiables

Tabla 9.3 Volumen y potencial de punto de equivalencia promedio y desviación estándar PROTOTIPO III

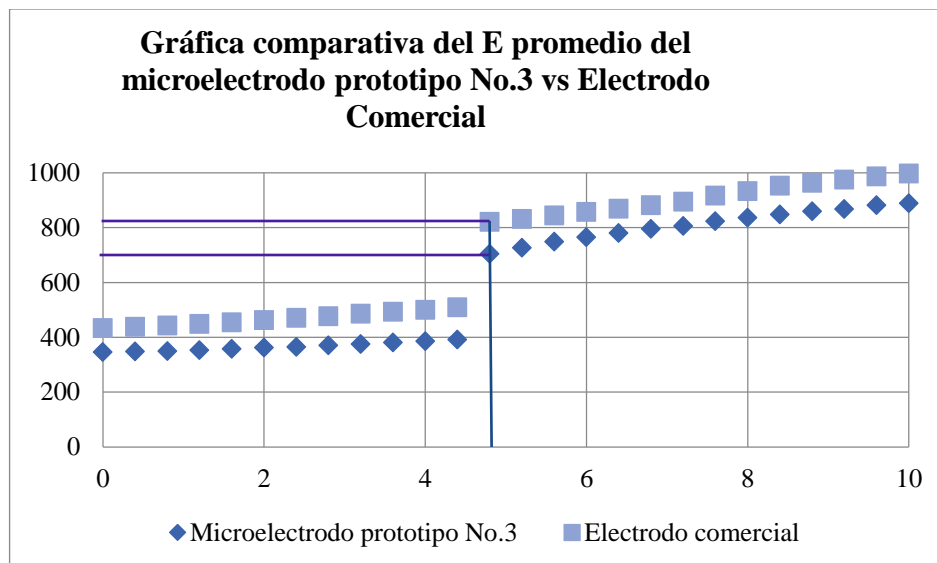
Experimento	Electrodo de platino		Microelectrodo platino, plata-cloruro de plata	
	Vpe electrodo (mL Ce 0.01056M)	Epe (mV)	Vpe (mL Ce 0.01056M)	Epe (mV)
1	4.8	846	4.8	794
2	4.8	694	4.8	674
3	4.8	894	4.8	702
4	4.8	856	4.8	712
5	4.8	815	4.8	639
Promedio \bar{x}	4.8	821	4.8	704.2

Los E promedio son bastante similares:

ME: 704.2mv

EC: 821 mV

ES decir una diferencia de 116mV que baja



Por último, tenemos el tercer prototipo, en el que la gráfica se puede ver como el seguimiento de la reacción es bastante similar al comercial, así como su VPE tienen bastante semejanza.

Las lecturas son bastante estables y los potenciales de inicio y de EPE no tienen una diferencia significativa por lo que el prototipo tiene resultados confiables.

Es decir, que los tres prototipos cumplen con los objetivos establecidos, y pueden ser usados para uso docente.

10. CONCLUSIONES

- Se logró elaborar tres electrodo combinado de Platino// Plata/Cloruro de Plata, con los cuales se realizaron valoraciones REDOX potenciométricas.
- Se comprobó que tiene un comportamiento aceptable comparado con los electrodos comerciales.
- Se utilizó un multímetro en lugar de un potenciómetro en el cual se redujeron costos significativamente y se demostró que tiene un comportamiento similar.

Tabla 10.1 Análisis financiero

Por lo tanto se puede traducir en un ahorro total global de: 89.24%, lo cual si es un ahorro significativo para el laboratorio en La adquisición y mejora de equipos que ayuden a la docencia de la universidad.

- Se puede llevar esta tecnología inclusive a otros planteles de la universidad como lo son medios superior (CCH's y Preparatorias) lo cual contribuiría a la inserción del conocimiento científico a generaciones aún más jóvenes, brindándoles oportunidades que les permitirán desarrollarse y mejorar en este campo.
- Se logró reducir la cantidad de sustancias requeridas, ya que la cantidad necesaria para una alícuota para este prototipo es menor comparada con la requerida para los electrodos

Equipo	Precio	Diferencia	Ahorro Parcial
Electrodo comercial	\$3,600.00 MN	Se gasta un 33.33% respecto al comercial	66.7%
Microelectrodo (Prototipo)	\$1,200.00MN		
Potenciómetro	\$15,000.00MN	Se gasta un 5.33% respecto al comercial	94.67%
Multímetro	\$800.00MN		
Equipo	Precio	Diferencia	Ahorro Parcial

comerciales promedio. Ya que para este prototipo solo es necesaria una alícuota de 2µL en adelante; esto gracias a su diseño. Comparado con los 5 mL que se ocupan en una valoración común, eso representa una reducción del hasta **99.96%** de reactivos ocupados.

- Con estos electrodos se tiene una importante aportación al medio ambiente, ya que se reducen los residuos que impactan a este, cuidándolo y protegiéndolo por dos vías, la primera al no requerir tantos reactivos, por lo cual no es explotado el medio ambiente, y la segunda vía, es que al momento de desechar los residuos estos son prácticamente nulos debido a que la cantidad de residuos es mínima y al estar en estado acuoso, solo es necesario evaporar el agua de esta, y los residuos tienden a cero.
- Logramos proponer estos electrodos como material docente, debido a que su comportamiento es totalmente aceptable para las prácticas que se realizan en la facultad.

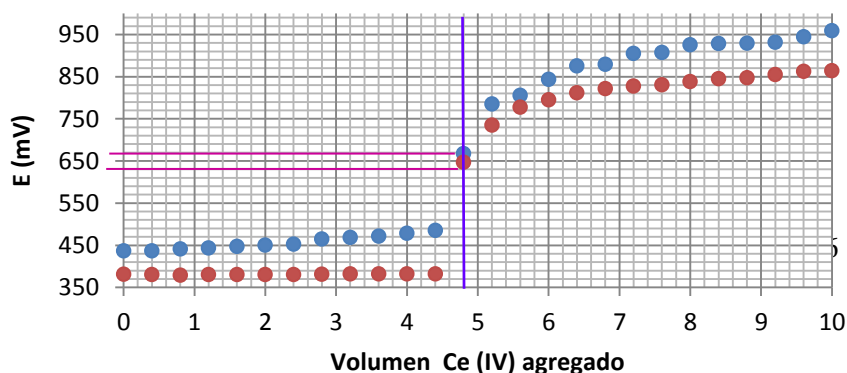
“La mejor manera de reducir residuos es, no generarlos”

ANEXOS I

PROTOTIPO #1

Experimento 2				
V _{gregado} Ce IV	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo I)	
	E (mV)	ΔE/ΔV	E (mV)	ΔE/ΔV
0	436		381	

Gráfica 1. 3 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 2 PROTOTIPO I

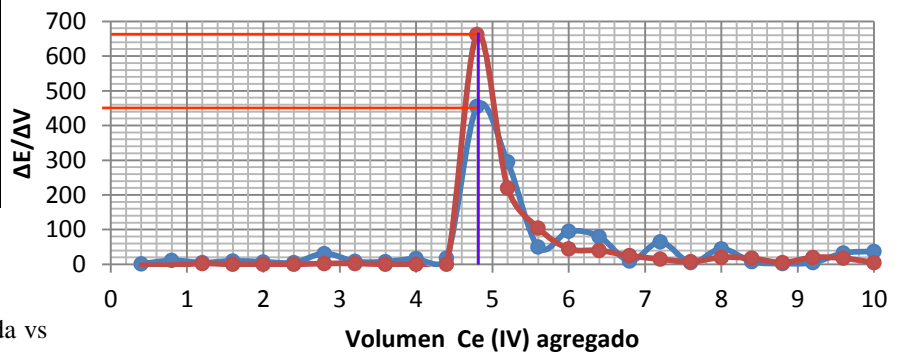


0,4	436,5	1,25	380	-2,5
0,8	441	11,25	379	-2,5
1,2	443	5	380	2,5
1,6	447	10	380	0
2	449,9	7,25	380	0
2,4	452	5,25	380	0
2,8	464,5	31,25	381	2,5
3,2	467,9	8,5	382	2,5
3,6	471	7,75	382	0
4	477,8	17	382	0
4,4	485	18	382	0
4,8	667	455	647	662,5
5,2	785	295	735	220
5,6	805	50	777	105
6	843	95	795	45
6,4	875	80	811	40
6,8	879	10	821	25
7,2	905	65	827	15
7,6	907	5	830	7,5
8	925	45	838	20
8,4	928	7,5	845	17,5
8,8	929	2,5	847	5
9,2	931	5	855	20
9,6	944	32,5	862	17,5
10	959	37,5	864	5

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **667 mV** y el ME **647 mV**

microelectrodo platino, plata cloruro de plata Experimento 2 PROTOTIPO

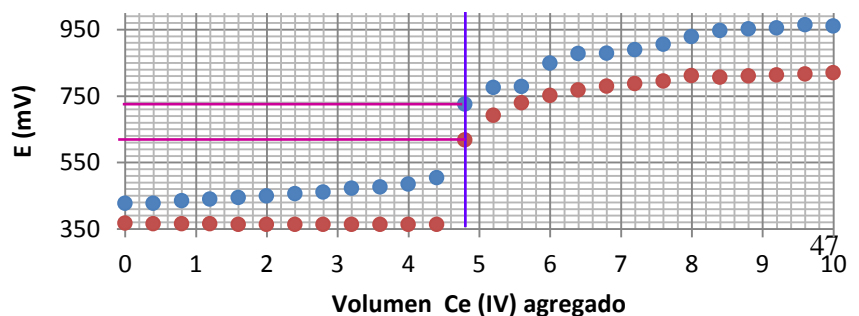


● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

En la segunda **gráfica 1.3** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

V_{gregado} Ce IV	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo I)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	427,7		368	
0,4	427,6	-0,25	366	-5
0,8	435	18,5	366	0

Gráfica 1.5 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 3 PROTOTIPO

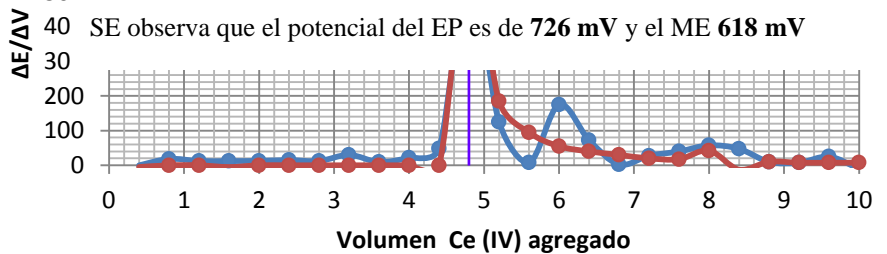


● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

1,2	440	12,5	366	0
1,6	444,9	12,25	364	-5
2	450	12,75	364	0
2,4	456	15	364	0
2,8	461	12,5	364	0
3,2	473	30	364	0
3,6	476,8	9,5	364	0
4	485,6	22	364	0
4,4	505	48,5	364	0
4,8	726	552,5	618	635
5,2	776	125	692	185
5,6	779	7,5	730	95
6	849	175	752	55
6,4	878	72,5	768	40
6,8	879	2,5	780	30
7,2	890	27,5	788	20
7,6	906	40	795	17,5
8	929	57,5	812	42,5
8,4	948	47,5	807	-12,5
8,8	952	10	811	10
9,2	955	7,5	814	7,5
9,6	965	25	817	7,5
10	961	-10	820	7,5

Gráfica 1.6 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.



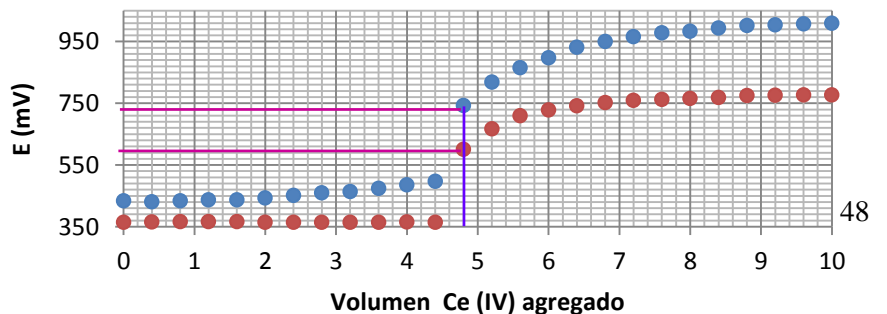
SE observa que el potencial del EP es de **726 mV** y el ME **618 mV**

● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

En la segunda **gráfica 1.6** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 4				
$V_{\text{gregad}} \text{ o } \text{Ce IV}$	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo I)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	433		364	
0,4	430,2	-7	365	2,5

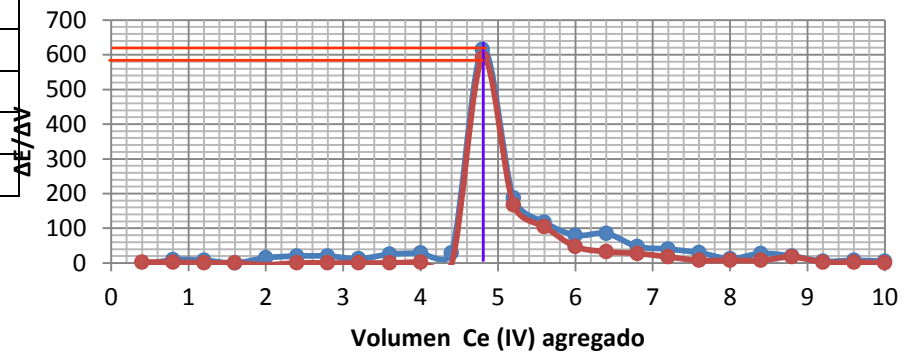
Gráfica 1.7 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 4 PROTOTIPO I



0,8	433,9	9,25	366	2,5
1,2	437	7,75	366	0
1,6	437	0	366	0
2	443	15	364	-5
2,4	451	20	364	0
2,8	459	20	364	0
3,2	464	12,5	364	0
3,6	474	25	364	0
4	485,5	28,75	365	2,5
4,4	497	28,75	364	-2,5
4,8	743	615	600	590
5,2	818	187,5	667	167,5
5,6	865	117,5	709	105
6	897	80	728	47,5
6,4	931	85	741	32,5
6,8	950	47,5	752	27,5
7,2	966	40	759	17,5
7,6	978	30	762	7,5
8	983	12,5	765	7,5
8,4	994	27,5	768	7,5
8,8	1002	20	775	17,5
9,2	1004	5	776	2,5
9,6	1007	7,5	777	2,5
10	1009	5	777	0

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

SE observa que el potencial del EP es de **743 mV** y el ME **600 mV**

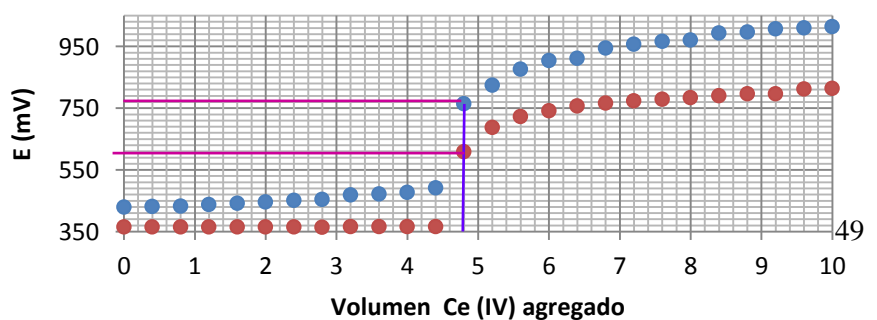


● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

En la segunda **gráfica 1.8** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

$V_{\text{gregado}} \text{ Ce IV}$	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo I)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	430		366	
0,4	432	5	366	0
0,8	434	5	366	0

Gráfica 1.9 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 5 PROTOTIPO I



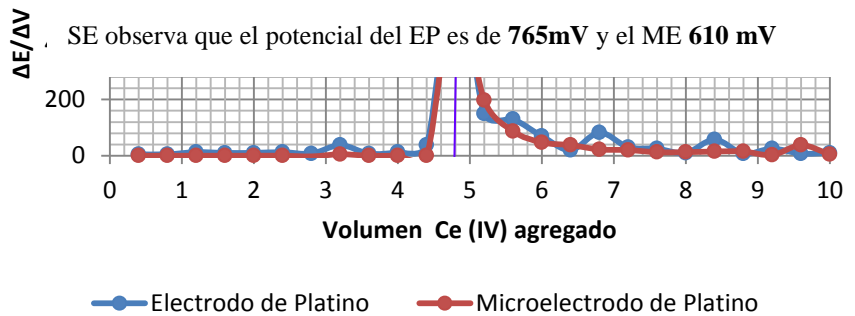
● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

1,2	439	12,5	366	0
1,6	443	10	366	0
2	447	10	366	0
2,4	452	12,5	366	0
2,8	455	7,5	365	-2,5
3,2	470	37,5	367	5
3,6	473	7,5	367	0
4	478	12,5	367	0
4,4	493	37,5	367	0
4,8	765	680	610	607,5
5,2	825	150	689	197,5
5,6	877	130	724	87,5
6	905	70	743	47,5
6,4	913	20	758	37,5
6,8	946	82,5	767	22,5
7,2	958	30	775	20
7,6	968	25	780	12,5
8	972	10	785	12,5
8,4	995	57,5	791	15
8,8	998	7,5	797	15
9,2	1008	25	798	2,5
9,6	1011	7,5	813	37,5
10	1015	10	815	5

Gráfica 1.10 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo de platino.

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

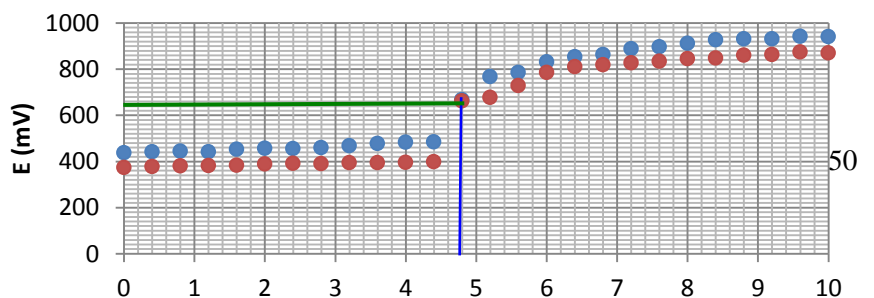
SE observa que el potencial del EP es de **765mV** y el ME **610 mV**



En la segunda **gráfica 1.10** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 2				
$V_{\text{gregado Ce IV}}$	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo II)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	439	12,5	366	0
1,6	443	10	366	0
2	447	10	366	0
2,4	452	12,5	366	0
2,8	455	7,5	365	-2,5
3,2	470	37,5	367	5
3,6	473	7,5	367	0
4	478	12,5	367	0
4,4	493	37,5	367	0
4,8	765	680	610	607,5
5,2	825	150	689	197,5
5,6	877	130	724	87,5
6	905	70	743	47,5
6,4	913	20	758	37,5
6,8	946	82,5	767	22,5
7,2	958	30	775	20
7,6	968	25	780	12,5
8	972	10	785	12,5
8,4	995	57,5	791	15
8,8	998	7,5	797	15
9,2	1008	25	798	2,5
9,6	1011	7,5	813	37,5
10	1015	10	815	5

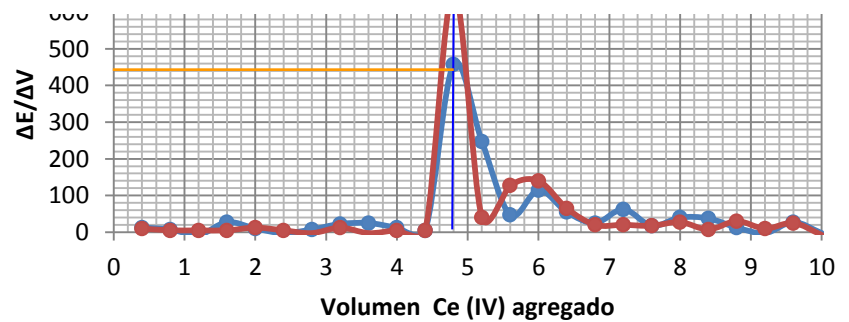
Gráfica 2.3 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 2 PROTOTIPOII



0	437	0	374	
0,4	442	12,5	378	10
0,8	445	7,5	380	5
1,2	442	-7,5	382	5
1,6	453	27,5	384	5
2	457	10	389	12,5
2,4	456	-2,5	391	5
2,8	459	7,5	390	-2,5
3,2	468	22,5	395	12,5
3,6	478	25	394	-2,5
4	483	12,5	396	5
4,4	485	5	398	5
4,8	668	457,5	662	660
5,2	767	247,5	678	40
5,6	786	47,5	729	127,5
6	832	115	785	140
6,4	854	55	811	65
6,8	864	25	819	20
7,2	889	62,5	827	20
7,6	896	17,5	834	17,5
8	912	40	845	27,5
8,4	927	37,5	848	7,5
8,8	932	12,5	860	30
9,2	931	-2,5	864	10
9,6	942	27,5	874	25
10	941	-2,5	871	-7,5

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **668mV** y el ME **662mV**



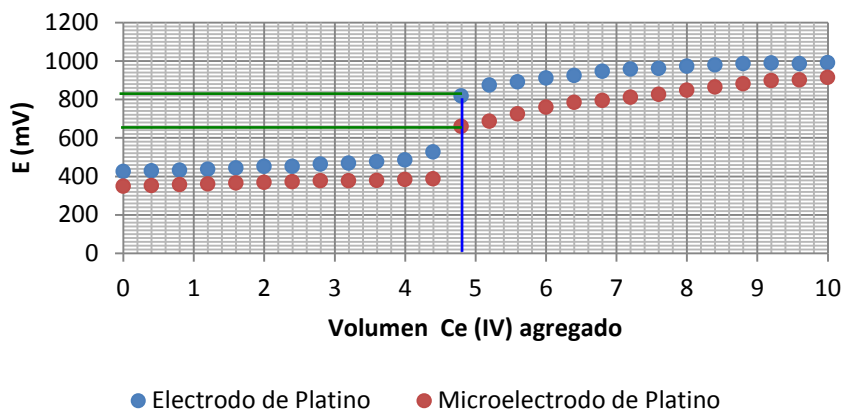
● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

En la segunda **gráfica 2.4** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

V_{gregado} Ce IV	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo II)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	425		349	

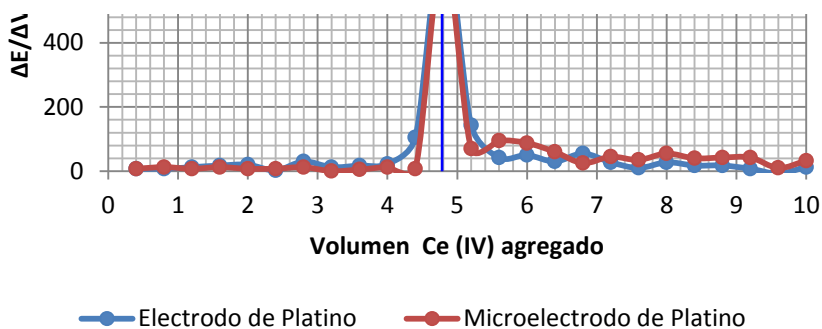
0,4	428	7,5	352	7,5
0,8	431	7,5	357	12,5
1,2	436	12,5	360	7,5
1,6	443	17,5	365	12,5
2	451	20	368	7,5
2,4	452	2,5	371	7,5
2,8	464	30	376	12,5
3,2	469	12,5	376	0
3,6	476	17,5	378	5
4	485	22,5	383	12,5
4,4	527	105	386	7,5
4,8	818	727,5	659	682,5
5,2	875	142,5	687	70
5,6	892	42,5	725	95
6	912	50	760	87,5
6,4	924	30	784	60
6,8	946	55	794	25
7,2	957	27,5	812	45
7,6	961	10	826	35
8	972	27,5	848	55
8,4	979	17,5	864	40
8,8	986	17,5	881	42,5
9,2	989	7,5	898	42,5
9,6	986	-7,5	902	10
10	991	12,5	915	32,5

Gráfica 2.5 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de fierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 3 PROTOTIPO II



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

SE observa que el potencial del EP es de **818mV** y el ME **659mV**

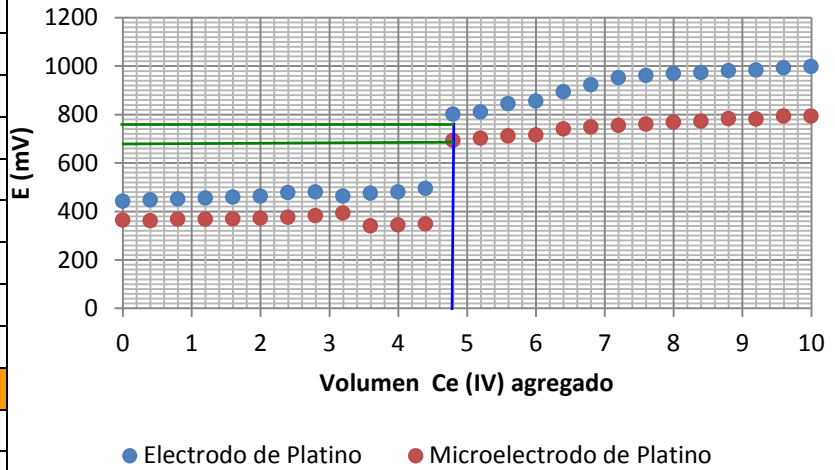


En la segunda **gráfica 2.6** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 4				
$V_{\text{gregado Ce IV}}$	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (prototipo II)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0,4	428	7,5	352	7,5
0,8	431	7,5	357	12,5
1,2	436	12,5	360	7,5
1,6	443	17,5	365	12,5
2	451	20	368	7,5
2,4	452	2,5	371	7,5
2,8	464	30	376	12,5
3,2	469	12,5	376	0
3,6	476	17,5	378	5
4	485	22,5	383	12,5
4,4	527	105	386	7,5
4,8	818	727,5	659	682,5
5,2	875	142,5	687	70
5,6	892	42,5	725	95
6	912	50	760	87,5
6,4	924	30	784	60
6,8	946	55	794	25
7,2	957	27,5	812	45
7,6	961	10	826	35
8	972	27,5	848	55
8,4	979	17,5	864	40
8,8	986	17,5	881	42,5
9,2	989	7,5	898	42,5
9,6	986	-7,5	902	10
10	991	12,5	915	32,5

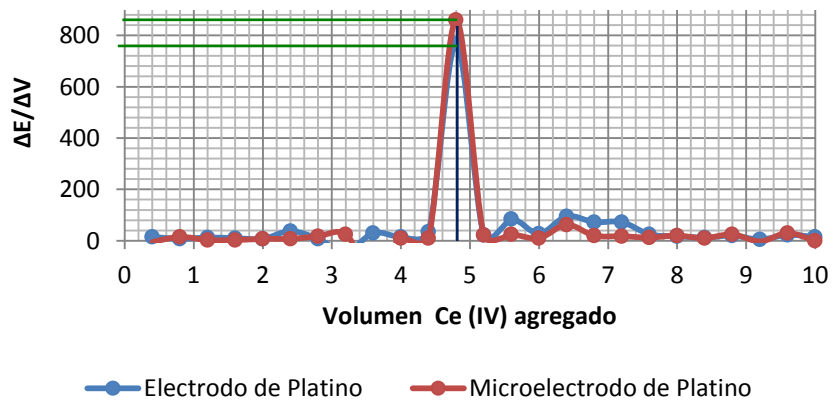
0	442		364	
0,4	448	15	362	-5
0,8	451	7,5	368	15
1,2	456	12,5	369	2,5
1,6	460	10	370	2,5
2	463	7,5	373	7,5
2,4	478	37,5	376	7,5
2,8	481	7,5	383	17,5
3,2	463	-45	393	25
3,6	475	30	341	-130
4	481	15	345	10
4,4	495	35	349	10
4,8	802	767,5	693	860
5,2	811	22,5	702	22,5
5,6	845	85	712	25
6	856	27,5	716	10
6,4	894	95	741	62,5
6,8	923	72,5	749	20
7,2	952	72,5	756	17,5
7,6	962	25	761	12,5
8	969	17,5	769	20
8,4	974	12,5	773	10
8,8	982	20	783	25
9,2	984	5	782	-2,5
9,6	993	22,5	794	30
10	999	15	794	0

Gráfica 2.7 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 4 PROTOTIPO II



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

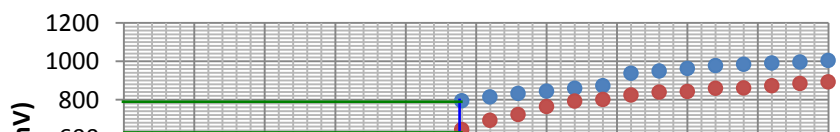
SE observa que el potencial del EP es de **802mV** y el ME **693mV**



En la segunda **gráfica 2.8** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 5	
Electrodo de Platino	Microelectrodo de platino

Gráfica 2.9 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 5 PROTOTIPO II

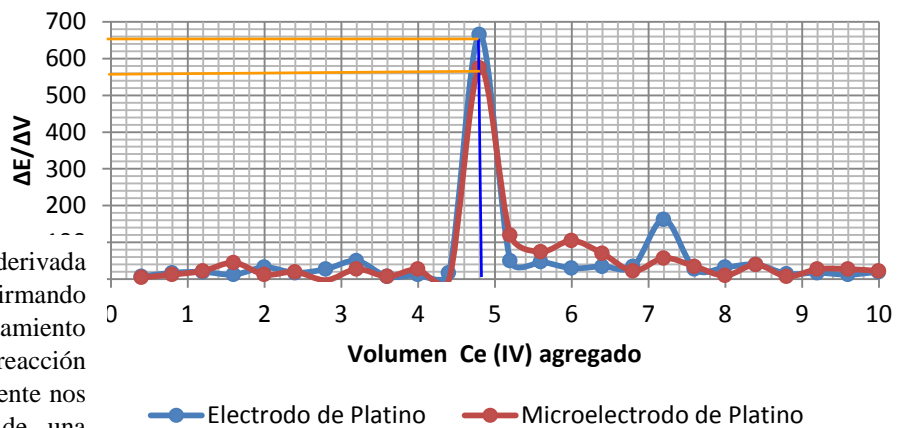


V _{gregado} Ce IV	(prototipo II)			
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	439		345	
0,4	442	7,5	347	5
0,8	449	17,5	352	12,5
1,2	457	20	361	22,5
1,6	462	12,5	379	45
2	475	32,5	384	12,5
2,4	482	17,5	392	20
2,8	493	27,5	391	-2,5
3,2	513	50	402	27,5
3,6	516	7,5	405	7,5
4	521	12,5	416	27,5
4,4	528	17,5	415	-2,5
4,8	794	665	645	575
5,2	814	50	693	120
5,6	833	47,5	723	75
6	845	30	765	105
6,4	859	35	793	70
6,8	873	35	802	22,5
7,2	938	162,5	825	57,5
7,6	949	27,5	839	35
8	962	32,5	843	10
8,4	978	40	859	40
8,8	984	15	862	7,5
9,2	991	17,5	873	27,5
9,6	996	12,5	884	27,5
10	1004	20	893	22,5

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce (IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

SE observa que el potencial del EP es de **794mV** y el ME **645mV**

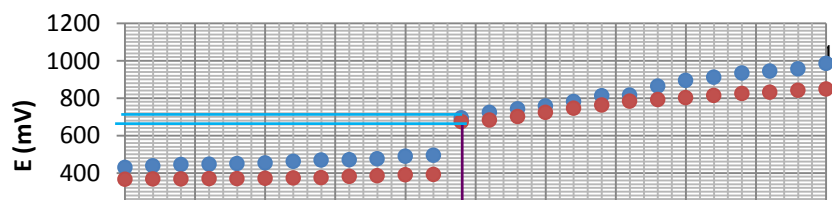
Gráfica 2.10 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 5 PROTOTIPO II



En la segunda **gráfica 2.10** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 2	
Electrodo de Platino	Microelectrodo de platino (Prototipo III)

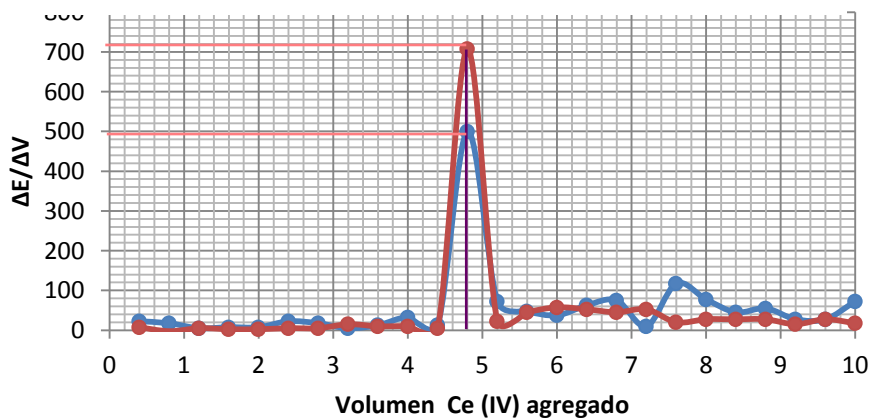
Gráfica 3.3 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 2 PROTOTIPO III



V _{gregado} Ce IV	E (mV)	ΔE/ΔV	E (mV)	ΔE/ΔV
0	429	0	365	
0,4	438	22,5	368	7,5
0,8	445	17,5	367	-2,5
1,2	447	5	369	5
1,6	450	7,5	370	2,5
2	453	7,5	371	2,5
2,4	462	22,5	373	5
2,8	469	17,5	375	5
3,2	471	5	381	15
3,6	476	12,5	385	10
4	489	32,5	389	10
4,4	494	12,5	391	5
4,8	694	500	674	707,5
5,2	723	72,5	683	22,5
5,6	742	47,5	701	45
6	757	37,5	724	57,5
6,4	782	62,5	745	52,5
6,8	812	75	763	45
7,2	816	10	784	52,5
7,6	863	117,5	792	20
8	894	77,5	803	27,5
8,4	912	45	814	27,5
8,8	934	55	825	27,5
9,2	945	27,5	831	15
9,6	956	27,5	842	27,5
10	985	72,5	849	17,5

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce_(IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **694mV** y el ME **674mV**

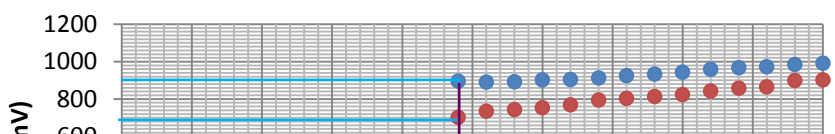


● Electrodo de Platino ● Microelectrodo de Platino

En la segunda **gráfica 3.4** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 3		
	Electrodo de Platino	Microelectrodo de platino

Gráfica 3.5 Curva de valoración potenciométrica de 5 mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 3 PROTOTIPO III

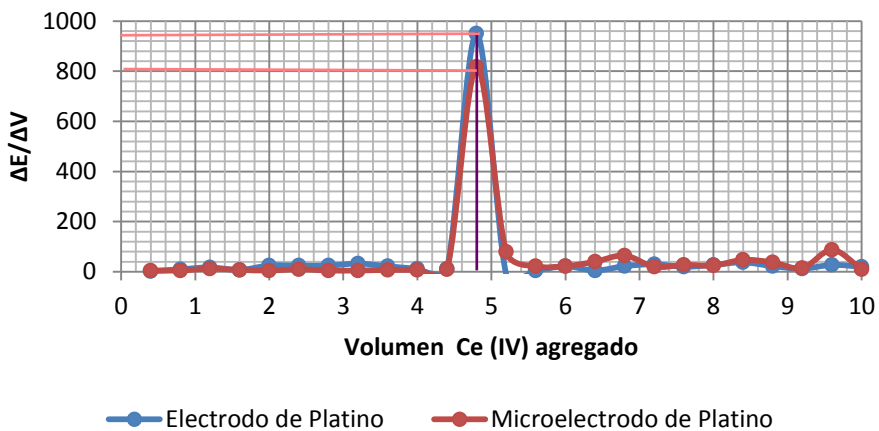


(Prototipo III)				
V_{gregad} o Ce IV	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	437		343	
0,4	438	2,5	345	5
0,8	442	10	347	5
1,2	449	17,5	352	12,5
1,6	452	7,5	355	7,5
2	462	25	357	5
2,4	472	25	361	10
2,8	482	25	363	5
3,2	495	32,5	365	5
3,6	504	22,5	368	7,5
4	509	12,5	371	7,5
4,4	514	12,5	375	10
4,8	894	950	702	817,5
5,2	890	-10	734	80
5,6	892	5	743	22,5
6	901	22,5	752	22,5
6,4	903	5	768	40
6,8	912	22,5	794	65
7,2	924	30	802	20
7,6	932	20	813	27,5
8	943	27,5	823	25
8,4	958	37,5	842	47,5
8,8	967	22,5	857	37,5
9,2	972	12,5	863	15
9,6	983	27,5	898	87,5
10	991	20	902	10

En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de $\text{Ce}_{(IV)}$ y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **894mV** y el ME **702mV**

Gráfica 3.6 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 3 PROTOTIPO III

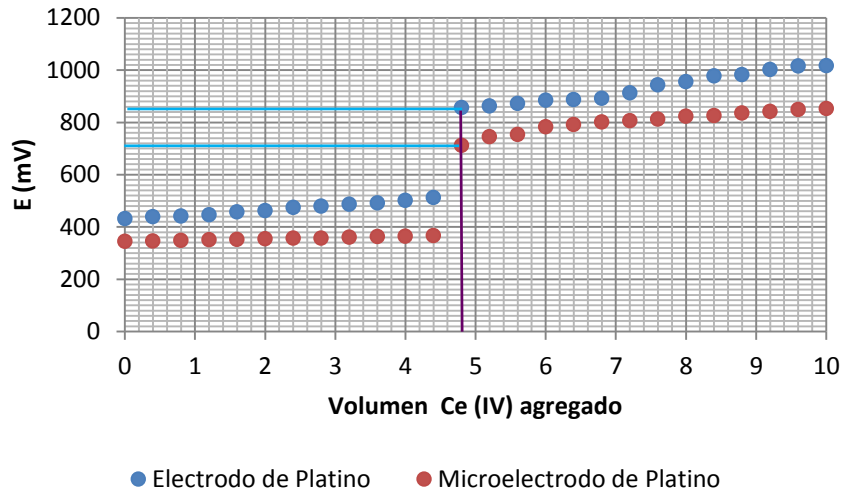


En la segunda **gráfica 3.6** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

	Platino	de platino
--	---------	------------

Gráfica 3.7 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata.
Experimento 4 PROTOTIPO III

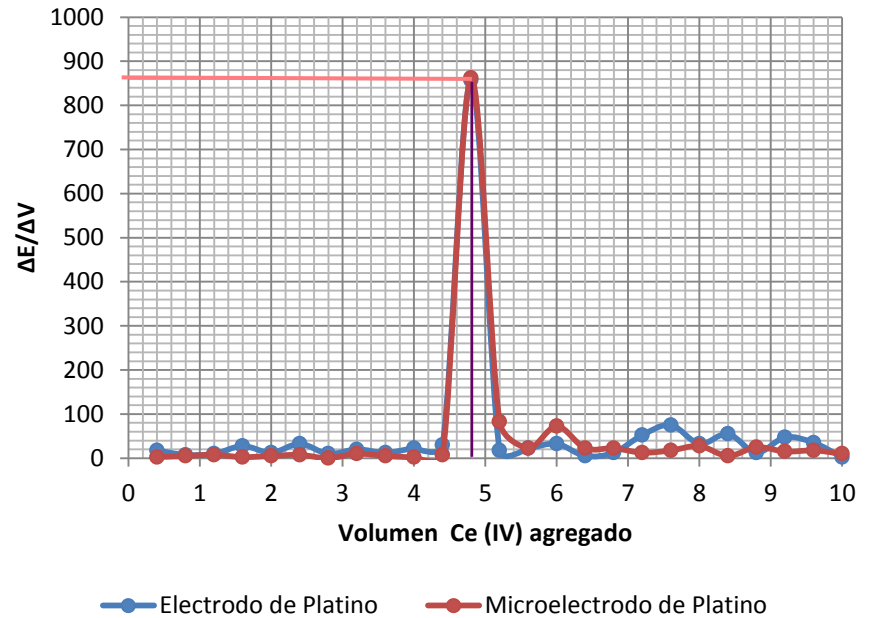
(Prototipo III)				
V _{gregado} Ce IV	E (mV)	ΔE/ΔV	E (mV)	ΔE/ΔV
0	432		345	
0,4	439	17,5	346	2,5
0,8	442	7,5	348	5
1,2	446	10	351	7,5
1,6	457	27,5	352	2,5
2	462	12,5	354	5
2,4	475	32,5	357	7,5
2,8	479	10	357	0
3,2	487	20	361	10
3,6	492	12,5	363	5
4	501	22,5	364	2,5
4,4	513	30	367	7,5
4,8	856	857,5	712	862,5
5,2	863	17,5	745	82,5
5,6	872	22,5	754	22,5
6	885	32,5	783	72,5
6,4	887	5	792	22,5
6,8	892	12,5	801	22,5
7,2	913	52,5	806	12,5
7,6	943	75	813	17,5
8	956	32,5	824	27,5
8,4	978	55	826	5
8,8	983	12,5	836	25
9,2	1002	47,5	842	15
9,6	1016	35	849	17,5
10	1017	2,5	853	10



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce_(IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **856mV** y el ME **712mV**

Gráfica 3.8 Primera derivada de 5mL de Sulfato de hierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 4 PROTOTIPO III

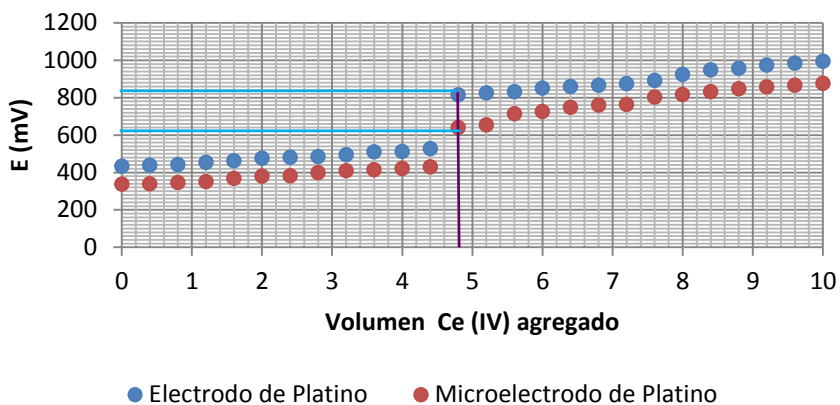


En la segunda **gráfica 3.8** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

Experimento 5

V _{gregado} Ce IV	Electrodo de Platino		Microelectrodo de platino (Prototipo III)	
	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$	E (mV)	$\Delta E/\Delta V$
0	432		336	
0,4	438	15	339	7,5
0,8	441	7,5	346	17,5
1,2	453	30	351	12,5
1,6	462	22,5	368	42,5
2	476	35	379	27,5
2,4	481	12,5	381	5
2,8	484	7,5	398	42,5
3,2	494	25	408	25
3,6	509	37,5	413	12,5
4	511	5	421	20
4,4	526	37,5	429	20
4,8	815	722,5	639	525
5,2	824	22,5	654	37,5
5,6	832	20	713	147,5
6	850	45	726	32,5
6,4	859	22,5	748	55
6,8	865	15	759	27,5
7,2	874	22,5	762	7,5
7,6	892	45	802	100
8	923	77,5	816	35
8,4	947	60	832	40
8,8	956	22,5	846	35
9,2	973	42,5	857	27,5
9,6	983	25	865	20
10	994	27,5	876	27,5

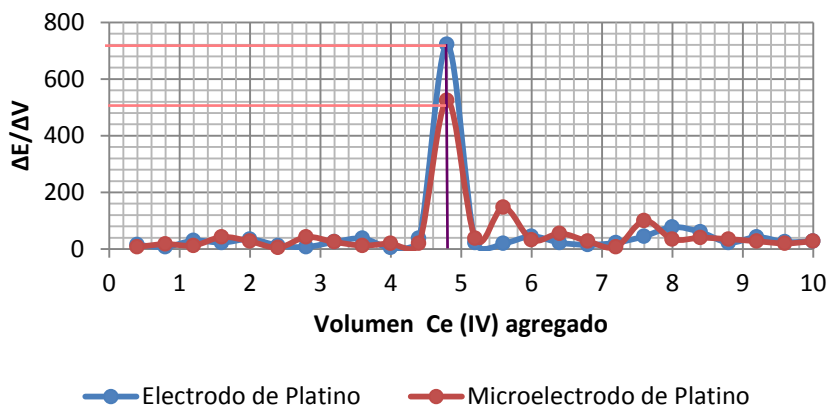
Gráfica 3.9 Curva de valoración potenciométrica de 5mL de Sulfato de fierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 5 PROTOTIPO III



En la primera gráfica tenemos potencial vs volumen de Ce_(IV) y podemos ver que el VPE volumen de punto de equivalencia de **4.8 ml** tanto para el electrodo como el microelectrodo, además de que tienen la misma forma lo que significa que tienen un comportamiento similar.

Se observa que el potencial del EP es de **815mV** y el ME **639mV**

Gráfica 3.10 Primera derivada de 5mL de Sulfato de fierro II 0.01014 M con Sulfato de Cerio (IV) 0.01056 M, usando un electrodo convencional de platino y un microelectrodo platino, plata-cloruro de plata. Experimento 5 PROTOTIPO III



En la segunda **gráfica 3.10** la primera derivada vs el volumen, confirmamos el V_{PE} confirmando que el primer prototipo tienen un comportamiento que nos sirve para el seguimiento de una reacción REDOX así como su V_{PE} que indirectamente nos sirve para calcular la concentración de una sustancia.

11. MEMORIA DE CÁLCULO

1.1. Preparación de soluciones

Preparación de 250 mL de Hierro (II) 0.01 M

Datos:

Peso molecular $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 278.03 g/mol

% Pureza: 100 %

$$\begin{aligned} 250 \text{ mL de disolución Fe II} & \left[\frac{0.01 \text{ mmol Fe II}}{1 \text{ mL}} \right] \left[\frac{1 \text{ mmol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mmol Fe II}} \right] \left[\frac{278.03 \text{ mg FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mmol FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} \right] \\ & = 695.075 \text{ mg FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \end{aligned}$$

Preparación de 250 mL de Cerio (IV) 0.01 M

Datos:

Peso molecular $\text{H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4$: 528.35 g/mol

% Pureza: 100 %

$$\begin{aligned} 250 \text{ mL de disolución Ce IV} & \left[\frac{0.01 \text{ mmol Ce IV}}{1 \text{ mL}} \right] \left[\frac{1 \text{ mmol H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4}{1 \text{ mmol Ce IV}} \right] \left[\frac{528.35 \text{ mg H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4}{1 \text{ mmol H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4} \right] \\ & = 1320.875 \text{ mg H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \end{aligned}$$

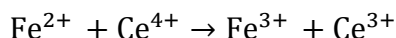
1.2. Concentraciones de disoluciones (reales)

Se pesaron 1394.8 mg de $\text{H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4$ y se diluyeron en 250 mL de agua, por lo cual le corresponde una concentración aproximada de 0.01056 M.

$$\begin{aligned} & \left[\frac{1394.8 \text{ mg H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4}{250 \text{ mL}} \right] \left[\frac{1 \text{ mmol H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4}{528.35 \text{ mg H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4} \right] \left[\frac{1 \text{ mmol Ce IV}}{1 \text{ mmol H}_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4} \right] = 0.0105596 \text{ M} \\ & \approx 0.01056 \text{ M} \end{aligned}$$

El volumen de punto de equivalencia es 4.8 mL de Cerio, dado que es el punto más alto en la gráficas de primeras derivadas 2, 4, 6, 8 y 10, corresponde a este valor, dado a esto el promedio es 4.8 mL y como consecuencia la desviación estándar es cero.

La valoración potenciométrica de estudio es un sistema redox (oxido-reducción) entre Fierro II y Cerio IV, de tal forma que la reacción de estudio es:



$$[\text{Fe}^{2+}] 5 \text{ mL} = [0.01056 \text{ M}] 4.8 \text{ mL}$$

$$[\text{Fe}^{2+}] = \frac{[0.01056 \text{ M}] 4.8 \text{ mL}}{5 \text{ mL}} = 0.0101376 \text{ M} \approx 0.01014 \text{ M}$$

1.3. Cálculos estadísticos

La t Student es un auxiliar estadísticos que se utiliza para medir la probabilidad. Es por ello que se usa principalmente para medir intervalos de confianza y para comparar los resultados de diferentes experimentos, con número de experimentos finitos y normalmente de poblaciones pequeñas ($n < 30$)

Para tener una referencia de si los experimentos desarrollados con electrodo de platino y el microelectrodo de platino, plata-cloruro de plata, son “iguales” o “diferentes”, se aplica la prueba t, mediante la fórmula:

$$t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

Donde

$$s = \sqrt{\frac{\sum_1 (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_2 (x_j - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Dado que todas la $x_i = \bar{x}_1$, $Vpe_1 = Vpe_2 = Vpe_3 = Vpe_4 = Vpe_5 = \overline{Vpe}$ la prueba t se anula, dado a que no hay variación en los experimentos realizados y el potencial Epe no se puede comparar ya que se trata de sistemas de referencia diferentes.

12. ABREVIATURAS

Tabla 12.1 Abreviaturas

z_i	Carga de la especie i	x_p	Valor dentro de la población
Ce III	Cerio 3+	Mv	Mili voltios, mili volts (1x10 ⁻³ voltios)
Ce IV	Cerio 4+	n	número de datos de la población
[]	Concentración molar	mL	Mililitros (1x10 ⁻³ litros)
ER	Electrodo de referencia	ET	Electrodo de trabajo
e^-	Electrón	LI	Líquido iónico
FES-C	Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán	Vp	Volumen de punto de equivalencia
Fe II	Fierro 2+	V	Volumen
Fe III	Fierro 3+	Va	Volumen agregado de Cerio IV
L	Litros	\bar{x}_p	Valor promedio de la población
<i>Ox</i>	Oxidante	<i>Red</i>	Reductor
E	Potencial	S	Desviación estándar combinada
Epe	Potencial en punto de equivalencia	T	Prueba t Student
\sum^p	Sumatoria de la población p	M	Molar, moles/litros
LI	Líquido iónico		

13. REFERENCIAS

- Amorós Cazorla, D., Nuñez Morallón, E., Rosas Ramiro, R., Betrían Berenguer, R., Martínez Rosas, J., Mirasol Rodríguez, J., & Alcántara Cordero, T. (2017). *España Patente n° WO 2017009505 A1*.
- Fernández López, P. (2012). *Equilibrios Redox*. Universidad de Castilla-La Mancha.
- González Vázquez, M. (2011). *Estudio de las ecuaciones de Poisson- Nernst-Planck y algunas de sus aplicaciones*. Tesis, Universidad Autónoma Metropolitana , División de ciencias básicas e ingeniería, Iztapalapa.
- Harris, D. (2006). *Análisis químico cuantitativo*. (S. Editorial Reverté, Ed.)
- Pérez Saavedra, J., Rincón Arce, S., Galicia Álvarez, S., Romero Coronel, G., López Andrade, A., & Arada Pérez, M. (2006). *Elaboración y prueba de un electrodo combinado Plata-Posai*.
- Pérez-Caballero, M., Reyes Jaramillo, D., Rincón Arce, S., & Morales Pérez, A. (2012). *Química Analítica I (Prácticas de Laboratorio)*. Universidad Nacional Autónoma de México, Departamento de química.
- Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2015). *Fundamentos de química analítica* (Novena ed.). (S. d. Cengage Learning Editores, Ed.)
- Thermo Scientific. (2013). *Thermo Scientific Orion Laboratory Products Catalog*. Catálogo, Thermo Scientific Orion. Recuperado el 25 de octubre del 2017 en : <https://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/ThermoScientific-Orion-Labratory-Catalog.pdf>
- Vert Belenguer, V. (2011). *Electrodos avanzados para pilas de combustible de óxido sólido (SOFCs)*. Tesis, Universitat Politècnica de València, Instituto de tecnología química (UPV-CSIC), València.
- Vogel, A. (1960). *Química analítica cuantitativa. Teoría y práctica*. (Vol. Volumen I). (E. K. A., Ed.) Buenos aires.

Yáñez-Sedeño, P., & Pingarrón, J. (2001). *Microelectrodos: nuevas posibilidades de la Electroquímica Analítica*. Universidad Complutense de Madrid, Departamento de Química Analítica, Madrid.

Carga y Fuerza Eléctrica -

ePadepa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Carga_y_Fuerza_Electrica_6903.pdf

http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/DOC_APOY_FUNDAMENTOS_ELECTROANALITICA_2011_16333.pdf Recuperado el 17 de agosto de 2018

<http://electroquimia.blogspot.com/> Recuperado el 17 de agosto de 2018