



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES**

**CUAUTILÁN**

---

**“ELABORACIÓN Y PRUEBA DE 3 MICROELECTRODOS COMBINADOS  
(Pt//Ag/AgCl) PARTIENDO DE ELECTRODOS DE DESECHO PARA  
VALORACIONES REDOX”**

**TESIS**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

**INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA:

**GASPAR MENDOZA LINARES**

ASESOR

**DR. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA**

CUAUTILÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO 2019



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



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

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

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

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



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
SECRETARÍA GENERAL  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

U.N.A.M.  
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 y prueba de 3 microelectrodos combinados (Pt//Ag/AgCl) partiendo de electrodos de desecho para valoraciones redox.**

Que presenta el pasante: **Gaspar Mendoza Linares**

Con número de cuenta: **413051914** 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 10 de junio de 2019.

**PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO**

	NOMBRE	FIRMA
<b>PRESIDENTE</b>	Dr. José de Jesús Pérez Saavedra	
<b>VOCAL</b>	Dr. Ricardo Paramont Hernández García	
<b>SECRETARIO</b>	Dr. Julio César Botello Pozos	
<b>1er. SUPLENTE</b>	M.E. María Teresa Ylizaliturri Gómez Palacio	
<b>2do. SUPLENTE</b>	M.C. Gabriel Israel Nava Nabté	

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

# AGRADECIMIENTOS

*A Dios por haberme permitido llegar a la culminación de mi carrera.*

*A mi madre porque gracias a su confianza, paciencia y tolerancia por darme ánimos para seguir adelante, por cuidar de mi durante todo este tiempo, por ayudarme a conseguir este logro, por darme sus buenos consejos, por seguir compartiéndome risas, lágrimas y demás en momentos tan difíciles. Gracias por ser el motor de mi vida para seguir con el día a día, gracias por todo el sacrificio, cariño y dedicación hacia mi persona.*

*A mis hermanos, porque gracias a sus experiencias me enseñaron que la vida se vive una vez, y porque siempre hay tiempo para todo.*

*A mi asesor, por su paciencia, tiempo y esfuerzo para brindarme los conocimientos necesarios para concluir este trabajo. Gracias profesor José de Jesús por aguantarme tanto tiempo.*

*A mis sinodales por su apoyo, tiempo y consejos que me dieron para culminar este trabajo.*

*A la máxima casa de estudios, especialmente a la FES Cuautitlán por haber permitido que estuviera en una de las mejores escuelas del país.*

*A Draucin Jiménez Celi por proporcionar el material de vidrio requerido para llevar a cabo la experimentación.*

*Este trabajo esta dedicado a un gran hombre, que gracias a sus consejos, sabiduría, por todas sus enseñanzas a lo largo de mi vida, por enseñarme a trabajar, a no darme por vencido, por transmitirme su fortaleza en momentos tan difíciles, por el esfuerzo, cariño y dedicación, por enseñarme los valores para enfrentar la vida, por hacer de mi un hombre de bien. En fin, por todo eso y mucho más te doy las gracias papá, llevo tu sangre, soy un hombre y se lo debo a Dios y a ti.*

*!!!GRACIAS PAPÁ!!!*

*DIOS TE BENDIGA DONDE QUIERA QUE ESTES*

*Marciano Mendoza Soto ♦ 24/07/1952*

*† 11/02/2019*

*Ing. Gaspar Mendoza Linares*

# INDICE

1. Introducción.....	1
2. Resumen.....	2
3. Objetivos.....	3
3.1 Objetivo general.....	3
3.2 Objetivos particulares.....	3
4. Fundamento Teórico.....	4
4.1 Potenciometría.....	4
4.2 Ecuación de Nernst.....	5
4.3 Electrodo indicadores.....	5
4.3.1 Electrodo metálicos.....	5
4.3.2 Electrodo de primera especie.....	5
4.3.3 Electrodo de segunda especie.....	6
4.3.4 Electrodo indicadores de membrana.....	6
4.3.5 Electrodo de vidrio para medidas de pH.....	7
4.4 Electrodo de Referencia.....	8
4.4.1 Electrodo de calomelanos.....	9
5. Valoraciones REDOX.....	12
6. Metodología Experimental.....	14
6.1 Etapa 1:Funcionamiento de la placa de platino.....	14
6.1.1 Preparación de soluciones.....	14
6.1.2 Funcionamiento de la placa de platino.....	14
6.1.3 Elaboración del electrodo de platino.....	16
6.2 Etapa 2: Elaboración y prueba del funcionamiento del electrodo de referencia.....	19
6.2.1 Elaboración del electrodo de referencia.....	19
6.3 Etapa 3: Ensamblado final y prueba del electrodo de referencia y el electrodo de platino.....	23
6.3.1 Ensamble del microelectrodo combinado.....	23
6.3.2 Funcionamiento del microelectrodo combinado.....	24
6.4 Etapa 4: Actividad Docente.....	27
7. Resultados.....	29
8. Resultados de la actividad docente.....	38

9. Análisis de resultados de la actividad docente.....	44
10. Volúmenes de punto de equivalencia.....	48
11. Cálculo de la concentración de la solución valorada .....	49
12. Cálculo de los potenciales estándar experimentales.....	52
13. Análisis estadístico.....	56
13.1 Comparación de medias.....	56
13.2 Comparación de mediciones repetidas.....	56
14. Conclusiones.....	59
15. Bibliografía.....	60
Anexos.....	61

# 1. INTRODUCCIÓN

En Química Analítica, uno de los métodos instrumentales más sencillos de trabajar, y de relativo bajo costo, es la potenciometría, debido a que no se requiere instalaciones especiales e inclusive, con esta, se puede desarrollar trabajo de campo. Para poder llevar a cabo esta técnica se requiere de un potenciómetro y el electrodo correspondiente para la técnica de trabajo, (de vidrio combinado para medir pH, de Pt combinado para medir potenciales redox, o Ag/AgCl para cuantificar halogenuros). Los métodos potenciométricos de análisis, se basan en la medida de potencial de celdas electroquímicas sin paso de corriente apreciable. Se utiliza la potenciometría en la identificación de puntos finales de valoraciones.

En el trabajo de un laboratorio de análisis químico, uno de los componentes más sensibles del sistema, es el par de electrodos que pueden alcanzar el final de vida útil o romperse, cuando esto sucede lo más común es que el electrodo sea desechado, sin considerar que algunos componentes pueden ser utilizados para elaborar electrodos de bajo costo y que dan resultados comparables a los de un electrodo comercial. En el presente trabajo, se recuperó el platino de un electrodo de platino roto, que se unió a un tubo de vidrio pequeño sellado con resina epóxica, mientras que el electrodo de referencia va sellado con polímero derivado del polisiloxano (silicón), que a su vez tiene como membrana permeable un trozo de hilo de algodón, que dentro del electrodo de referencia lleva una solución saturada de KCl y un alambre de Ag/AgCl que van unidos a un cable coaxial, donde la parte catódica del electrodo va unida al electrodo de platino y la parte anódica al electrodo de referencia, cada una de las partes del electrodo se separan con tubos de vidrio con un diseño que permita llevar a cabo microvaloraciones de óxido-reducción a partir de 3 mL hasta 5 mL. De manera que para la valoración de sulfato ferroso amoniacal, con sulfato cérico amoniacal se mide el potencial obtenido experimentalmente con un electrodo de platino combinado comercial contrastando el potencial obtenido mediante el electrodo elaborado, ambos potenciales obtenidos de la misma solución. Los resultados se compararan mediante la prueba estadística de *t de Student*, encontrado que no hay diferencia significativa entre el electrodo alternativo y el comercial.

## 2.RESUMEN

En el presente trabajo, se elaboraron de 3 microelectrodos combinados de Pt-Ag-AgCl a partir de electrodos rotos o de desecho que se ha acumulado por el paso del tiempo.

Para probar el buen funcionamiento de los microelectrodos se realizó la valoración oxido-reducción de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico amoniacal 0.01M, dichas soluciones se prepararon en medio ácido usando ácido sulfúrico concentrado. La valoración fue seguida potenciométricamente, primeramente con un electrodo comercial y recopilando datos de este, para contrastarlo estadísticamente con los electrodos alternativos que se elaboraron durante este trabajo haciendo la misma valoración en las mismas condiciones.

Los microelectrodos elaborados durante este trabajo forman un instrumento alternativo de bajo costo para las reacciones oxido-reducción puesto que su costo de elaboración es muy bajo comparado con los electrodos comerciales, lo cual hace alusión a la reducción de residuos generados durante la experimentación, ya que los volúmenes de las alícuotas son menores. Por esta razón si se implementan en los laboratorios de docencia de la sección de Química Analítica de la FES Cuautitlán serán de gran utilidad.

## 3. OBJETIVOS

### 3.1 Objetivo general

Elaborar tres microelectrodos combinados de Pt//Ag/AgCl, utilizando componentes de electrodos de desecho, para realizar valoraciones redox.

### 3.2 Objetivos particulares

1. Comprobar experimentalmente que los tres microelectrodos combinados, elaborados con componentes residuales de electrodos rotos, permite medir potenciales redox, para efectuar microvaloraciones.
2. Comparar estadísticamente, con la prueba de *t de Student* los microelectrodos elaborados con los electrodo combinado de platino comercial, para verificar que no hay diferencia significativa para así proporcionarle confiabilidad a los resultados obtenidos.

# 4. FUNDAMENTO TEÓRICO

## 4.1 POTENCIOMETRÍA

Se le denomina potenciometría al uso de electrodos para la medición de voltajes y de esta forma proporcionar información química (Harris, 2001). Lo cual se puede interpretar de otra manera, el objetivo de la potenciometría es obtener información acerca de la composición de una solución a través del potencial que aparece entre dos electrodos, esto se puede representar de la siguiente manera:

*electrodo de referencia*|*puente salino*|*solución de analito*|*electrodo indicador*



El potencial del electrodo indicador, ( $E_{ind}$ ) es sensible a las condiciones químicas de la solución, mientras que el electrodo de referencia tiene un potencial fijo, ( $E_{ref}$ ) independiente de la solución en la celda. El potencial también incluye el potencial en la unión líquida, ( $E_j$ ) que representa en la interfase entre el electrólito dentro del compartimiento del electrodo de referencia y la solución externa.

Skoog (1995), indica que el potencial registrado es la suma de todos los potenciales individuales, con su signo correspondiente, producidos por los electrodos: indicador y de referencia, entonces el potencial de la celda está dado por la ecuación:

$$E = E_{ind} - E_{ref} + E_j$$

En la práctica, invariablemente se utilizan como referencia otros patrones secundarios, los más comunes son los electrodos de calomelanos saturados (SCE) y los de Ag/AgCl. Si se tuvieran problemas con la presencia de los iones  $Cl^-$  se podrían utilizar otros electrodos, como el Hg/HgSO<sub>4</sub>.

## 4.2 ECUACIÓN DE NERNST

La ley de Nernst establece la relación entre el potencial y la concentración de las disoluciones y se expresa como sigue:

$$E = E^{\circ} + \frac{0.06}{n} \log \frac{|Ox|}{|Red|}$$

En donde:

$E$  = potencial del sistema

$E^{\circ}$  = potencial estándar

$|Ox|$  = concentración del agente oxidante

$|Red|$  = concentración del agente reductor

$n$  = número de electrones intercambiados en el equilibrio electroquímico

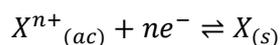
## 4.3 ELECTRODOS INDICADORES

Un electrodo indicador ideal responde rápidamente y de manera reproducible a los cambios de concentración del ion analito. Existen dos grandes grupos de electrodos indicadores: los electrodos metálicos, que generan un potencial eléctrico en respuesta a una reacción redox que tiene lugar en una superficie metálica; los electrodos selectivos de iones que generan un potencial eléctrico por migración selectiva de un ion determinado a través de una membrana.

### 4.3.1 ELECTRODOS METÁLICOS

#### 4.3.2 Electrodos de primera especie.

Consiste en un electrodo de metal puro que está en equilibrio directamente con su catión en la solución. En este caso, interviene una sola reacción. Se representan por la reacción:



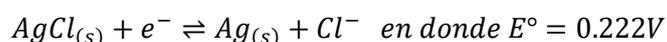
Para el cual:

$$E_{ind} = E_{X^{n+}}^{\circ} + \frac{0.06}{n} \log \frac{|Ox|}{|Red|} = E_{X^{n+}}^{\circ} + \frac{0.06}{n} \log |X^{n+}| = E_{X^{n+}}^{\circ} - \frac{0.0592}{n} pX$$

Los únicos sistemas de primera clase que se han usado son  $Ag^0/Ag^+$ ,  $Hg^0/Hg_2^{2+}$ ,  $Cu^0/Cu^{2+}$ ,  $Zn^0/Zn^{2+}$ ,  $Cd/Cd^{2+}$ ,  $Bi/Bi^{3+}$  y  $Pb/Pb^{2+}$ . (Skoog, 1995).

#### 4.3.3 Electrodo de segunda especie.

Con frecuencia, se puede conseguir que un metal responda a la actividad de un anión con el que forma un precipitado o un ion complejo estable. Por ejemplo, la respuesta del potencial de un electrodo de plata a la actividad del ion cloruro será reproducible en una solución saturada con cloruro de plata. La reacción del electrodo que se lleva a cabo puede escribirse como:



Aplicando la ecuación de Nernst se obtiene:

$$E_{ind} = 0.222 - 0.059 \log|Cl^-| = 0.222 + 0.0592pCl$$

Si se requiere elaborar un electrodo sensible a cloruros, se coloca un alambre de plata pura como ánodo en una celda electrolítica que contenga cloruro de potasio. El alambre, quedará recubierto con un depósito adherido de haluro de plata, que se equilibrará con la capa superficial de la disolución en la que esté sumergido. Debido a que la solubilidad del cloruro de plata es baja, un electrodo obtenido de esta forma puede utilizarse para numerosas medidas.

#### 4.3.4 Electrodo indicadores de membrana

Se denominan a menudo electrodo selectivos de iones debido a la gran selectividad de la mayor parte de estos dispositivos. Se refieren a ellos también como electrodo de  $p(Ion)$  debido a que su respuesta se registra como una función de  $p$ , tal como  $pH$ ,  $pCa$  o  $pNO_3$ . De igual forma, estas membranas se clasifican de acuerdo a lo que se muestra en la figura 1:

- A. Electrodo de membrana cristalina
  - 1. Cristal único
    - Ejemplo:  $\text{LaF}_3$  para  $\text{F}^-$
  - 2. Policristalina o mezcla de cristales
    - Ejemplo:  $\text{Ag}_2\text{S}$  para  $\text{S}^{2-}$  y  $\text{Ag}^+$
- B. Electrodo de membrana no cristalina
  - 1. Vidrio
    - Ejemplos: vidrios de silicato para  $\text{Na}^+$  e  $\text{H}^+$
  - 2. Líquido
    - Ejemplos: líquidos intercambiadores de iones para  $\text{Ca}^{2+}$  y transportadores neutros para  $\text{K}^+$
  - 3. Líquido inmovilizado en un polímero rígido
    - Ejemplo: matriz de policloruro de vinilo para  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{NO}_3^-$

**Figura 1.** Clasificación de las membranas de los electrodos indicadores. (Skoog, 2005)

Todas las membranas selectivas de iones tienen propiedades que le dan sensibilidad y selectividad a los electrodos hacia ciertos iones. Estas membranas deben tener:

- 1) mínima solubilidad en la solución a analizar
- 2) presentar conductividad eléctrica debida a la migración interna de iones
- 3) reactividad selectiva con el analito, es decir, debe haber unión de la membrana con el ión de interés ya sea por intercambio iónico, cristalización o complejación.

#### 4.3.5 Electrodo de vidrio para medidas de pH.

Consiste en un electrodo indicador de vidrio y un electrodo de referencia de plata/cloruro de plata o de calomelanos saturados sumergidos en una solución cuyo pH se quiere determinar. El electrodo indicador consiste en una delgada membrana de vidrio sensible al pH, sellada en el extremo de un tubo de vidrio de paredes gruesas o de plástico; dicho tubo contiene un pequeño volumen de ácido clorhídrico diluido saturado con cloruro de plata. En esta disolución un alambre de plata forma un electrodo de referencia de plata/cloruro de plata, que se conecta a una de las terminales de un dispositivo para medir el potencial, en este

caso, un potenciómetro. El electrodo de referencia se conecta a la otra terminal, tal como se muestra en la figura 2.

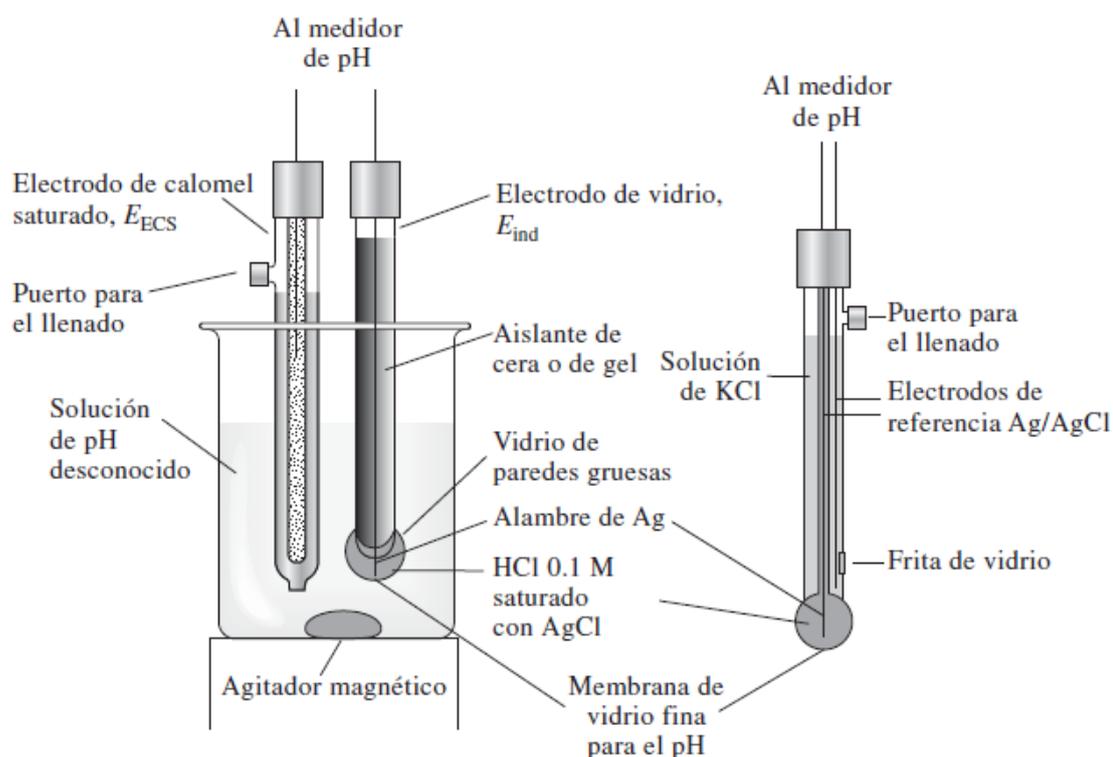


Figura 2. Sistema de electrodos para la medición de pH. (Skoog, 2008)

#### 4.4 ELECTRODOS DE REFERENCIA

El electrodo de referencia ideal tiene un potencial que se conoce con exactitud, es constante y completamente insensible a la composición de la solución del analito. Además, este electrodo debe ser resistente, fácil de usar y mantener un potencial constante al paso de la corriente.

Están constituidos por un conductor metálico unido con una sal poco soluble de su metal, y una disolución de composición constante y alta concentración llamado electrolito de referencia.

El electrolito de referencia entra en contacto con la disolución a analizar a través de una pared porosa conocida como diafragma, que permitirá una unión líquida. La unión líquida permite un pequeño y constante flujo del electrolito de referencia a la muestra. Donde se encuentran el electrolito y la disolución de análisis,

aparece un potencial de unión líquida que se origina debido a las diferentes movilidades de los aniones y cationes. Este potencial va a depender del tipo, concentración y temperatura del electrólito de referencia; para que se mantenga relativamente pequeño y constante, se debe tomar en cuenta lo siguiente:

En caso de que una de las dos soluciones contenga un electrolito concentrado con movilidades iónicas casi iguales como es el caso del KCl o el KNO<sub>3</sub>.

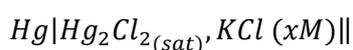
La concentración del electrolito de referencia debe ser de 5 a 10 veces más grande que la concentración del analito, es decir, debe ser una solución saturada.

La velocidad de agitación debe mantenerse constante durante la medida.

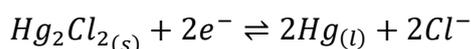
Existen diversos electrodos que se manejan como electrodos de referencia y a continuación se mencionan los principales:

#### 4.4.1 Electrodos de calomelanos

Los electrodos de referencia de calomel se componen de mercurio en contacto con una solución saturada de cloruro de mercurio (I) (calomel) que contiene también una concentración conocida de cloruro de potasio. Y se puede representar por medio del siguiente esquema:



En donde  $x$  representa la concentración molar del cloruro de potasio en la solución. El potencial de electrodo para esta semicelda está determinado por la reacción:



En donde  $E^\circ=0.268$  V y  $E$  (saturado en KCl)=0.2444V.

El electrodo de calomelanos saturado en KCl (ECS) es muy utilizado. Sin embargo, cuando cambia la temperatura, el potencial sólo alcanza el nuevo valor lentamente, debido al tiempo requerido para restablecer el equilibrio de

solubilidad del cloruro de potasio y de calomelanos. Dicho electrodo se muestra en la figura 3.

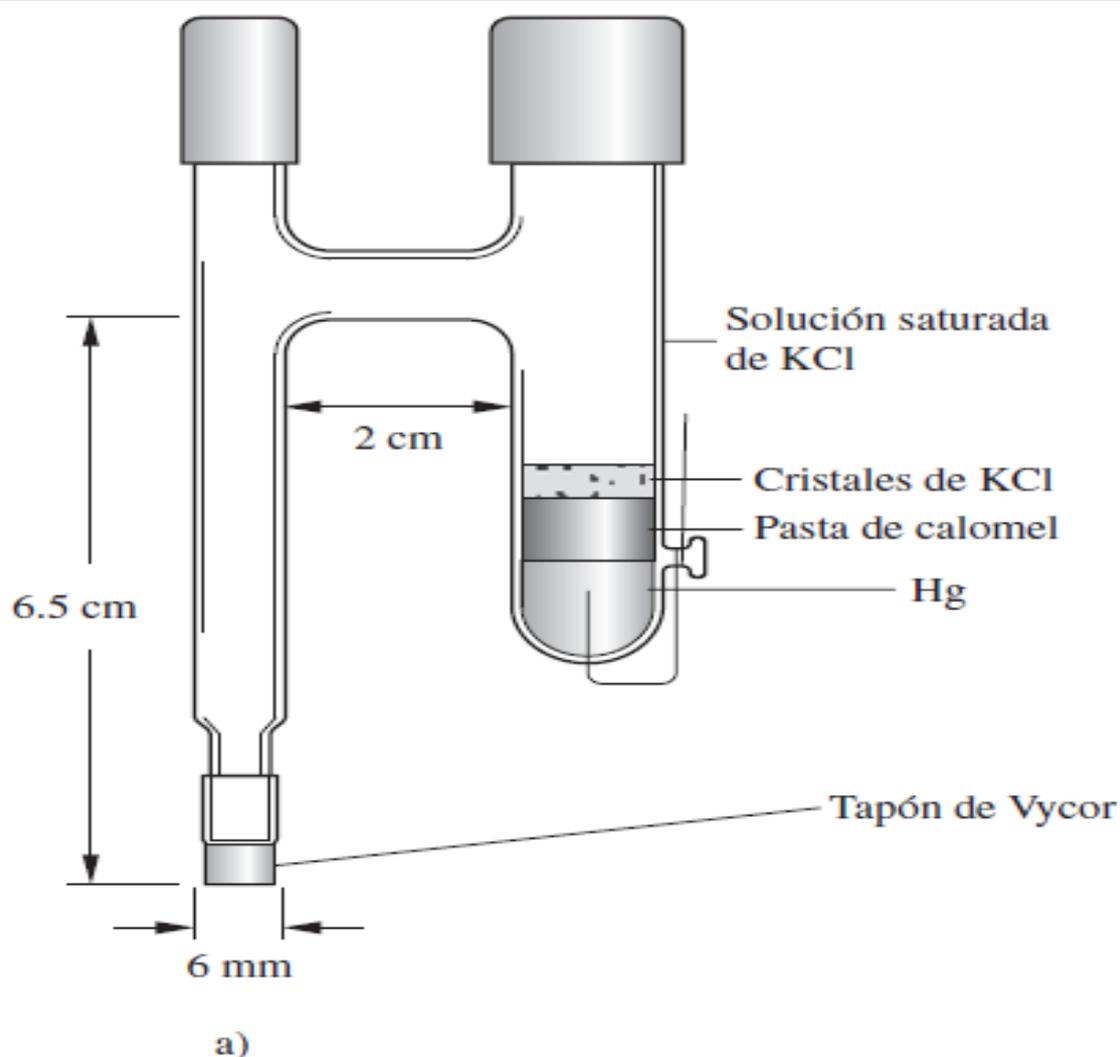
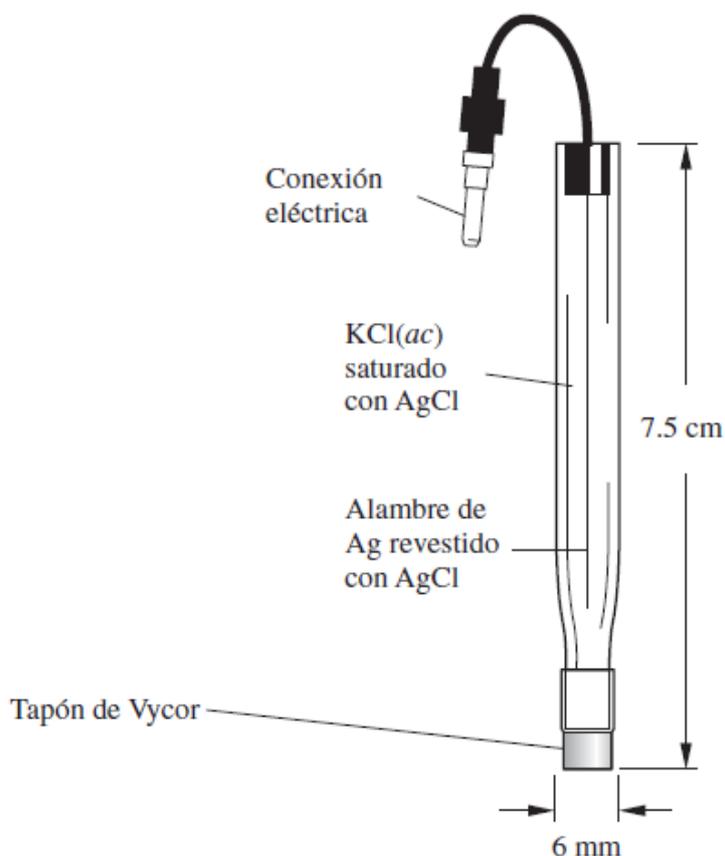


Figura 3. Electrodo de referencia calomelanos. (Skoog, 2005)

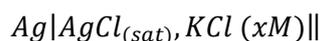
La estructura en forma de H del electrodo está hecha de vidrio, el brazo derecho del electrodo contiene un contacto eléctrico de platino, una pequeña cantidad de pasta de mercurio/cloruro de mercurio (I) en cloruro de potasio saturado, y unos cuantos cristales de KCl. El tubo está lleno de KCl saturado, el cual actúa como puente salino a través de una pieza de Vycor ("vidrio semiporoso") que sella el extremo del brazo izquierdo. Este tipo de unión tiene una resistencia alta (de 2000 a 3000  $\Omega$ ) y capacidad de transportar corriente limitada, pero presenta contaminación baja de la disolución del analito debido a las fugas de la disolución de cloruro de potasio. También hay disponibles otras opciones de ECS que

tienen resistencia menor y mejor contacto eléctrico con la disolución del analito, pero presentan una contaminación mayor al caso anterior. Debido a los cuidados que se deben tener con la contaminación por mercurio, los ECS han sido menos comunes con el paso del tiempo, pero para algunos casos en particular superan a los electrodos de referencia de  $\text{Ag}^\circ/\text{AgCl}$ .

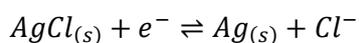


**Figura 4.** Electrodo de plata/cloruro de plata. (Skoog 2005)

El electrodo de referencia más ampliamente comercializado consiste en un electrodo de plata sumergido en una disolución de cloruro de potasio saturada con cloruro de plata. El esquema de este electrodo se puede representar mediante:



El potencial de electrodo está determinado por la semirreacción:



El potencial de reducción del par  $\text{AgCl}/\text{Ag}$  es 0.222 V a 25°C, y el E (saturado en KCl)= 0.197 V.

## 5. VALORACIONES REDOX

Una valoración redox está basada en una reacción de oxidación-reducción entre el analito y el valorante. Para que una reacción redox sea empleada en una titulación, la reacción debe de ser completa, llegar al equilibrio rápidamente, tiene que existir un punto de equivalencia definido entre el oxidante y el reductor, y se debe disponer de una técnica para detección del punto final. Puesto que hay muchos elementos que existen en más de un estado de oxidación, las aplicaciones de las valoraciones redox son bastante numerosas.

Entre las opciones más comunes que se emplean para la detección de un punto final de una valoración se encuentra la aplicación de la potenciometría y la adición indicadores químicos. Los indicadores químicos son sustancias coloreadas que se oxidan o se reducen a potenciales particulares cambiando de color y deben elegirse de manera que estos potenciales sean muy cercanos al valor del potencial de punto de equivalencia.

Algunos reactivos que se emplean como valorantes son sustancias coloreadas que en ocasiones pueden emplearse como autoindicadores cuando los productos de la reacción son incoloros o poco coloreados. Cuando se observa un ligero exceso de reactivo coloreado, la valoración ha llegado a su fin.

En una valoración redox seguida potenciométricamente se mide el potencial de un electrodo indicador en función del volumen de titulante. El equipo que se emplea para la obtención de una curva de valoración consiste en un electrodo de referencia, un electrodo indicador, un potenciómetro, bureta con titulante y contenedor con la solución valorada.

Las valoraciones potenciométricas proveen datos que son más confiables que las valoraciones realizadas con indicadores coloridos ya que se obtienen valores más precisos en el punto de equivalencia, además de que permite seguir el curso de la titulación.

En la curva de valoración se representa la diferencia de potencial en función del volumen de valorante añadido. El punto de equivalencia se caracteriza por un brusco cambio de voltaje. El valor del potencial en cualquier punto de esta valoración depende solo de la relación de reactivos. Si la estequiometría de reacción es 1:1, la curva será simétrica; en cambio, una curva no es simétrica en

torno al punto de equivalencia cuando la estequiometría de reacción no es equimolar.

La variación del voltaje cerca del punto de equivalencia aumenta a medida que la diferencia de los  $E^\circ$  de los dos pares redox que intervienen en la valoración aumenta. Cuanto mayor es la diferencia de los  $E^\circ$ , mayor es la constante de equilibrio en la reacción de valoración.

# 6. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

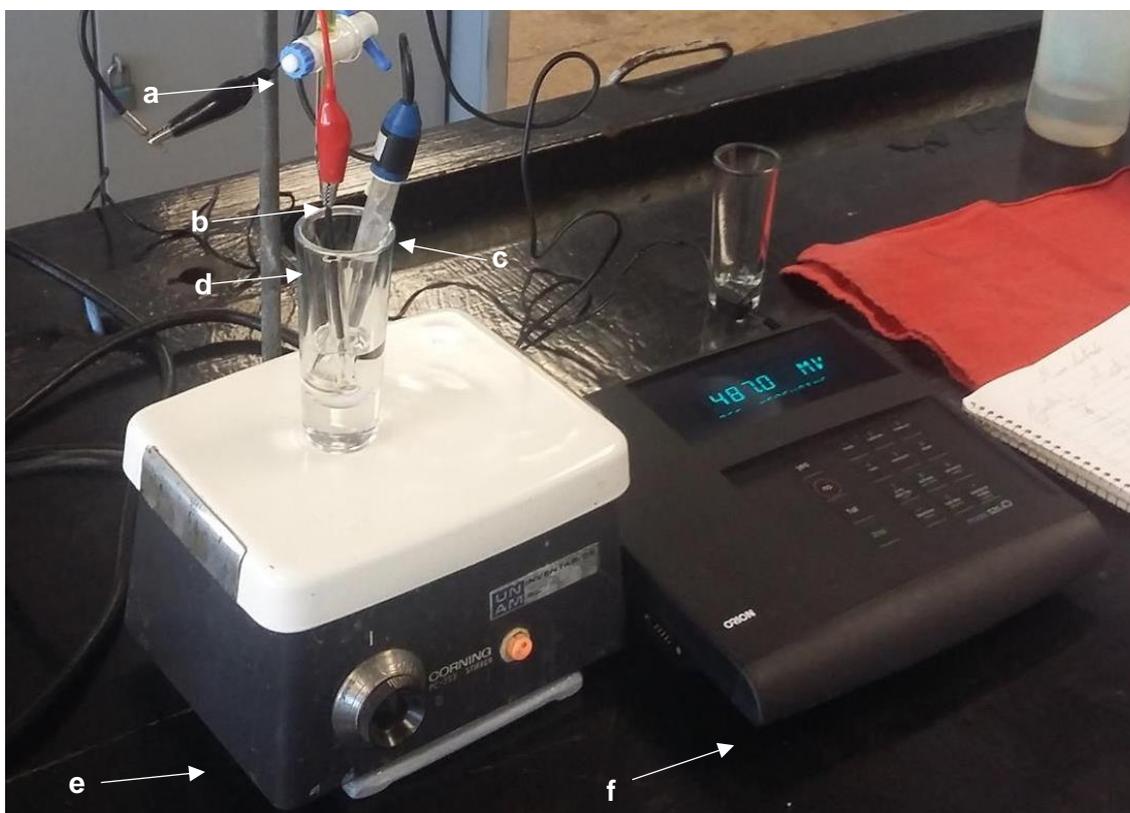
## 6.1 ETAPA 1: FUNCIONAMIENTO DE LA PLACA DE PLATINO

### 6.1.1 Preparación de soluciones.

Se prepararon soluciones de Fe II 0.01M, a partir de  $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y Ce IV 0.01M a partir de  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{SO}_4$  0.01M y una solución de KCl saturado para el electrodo de referencia los cálculos y el material utilizado junto con las especificaciones de los reactivos se muestran en el anexo.

### 6.1.2 Funcionamiento de la placa de platino.

Para verificar el funcionamiento de la placa de platino, se realizaron dos valoraciones seguidas potenciométricamente con las soluciones anteriormente mencionadas utilizando como electrodo de referencia, un electrodo de convencional de Plata /Cloruro de Plata, tal como lo muestra la fotografía.



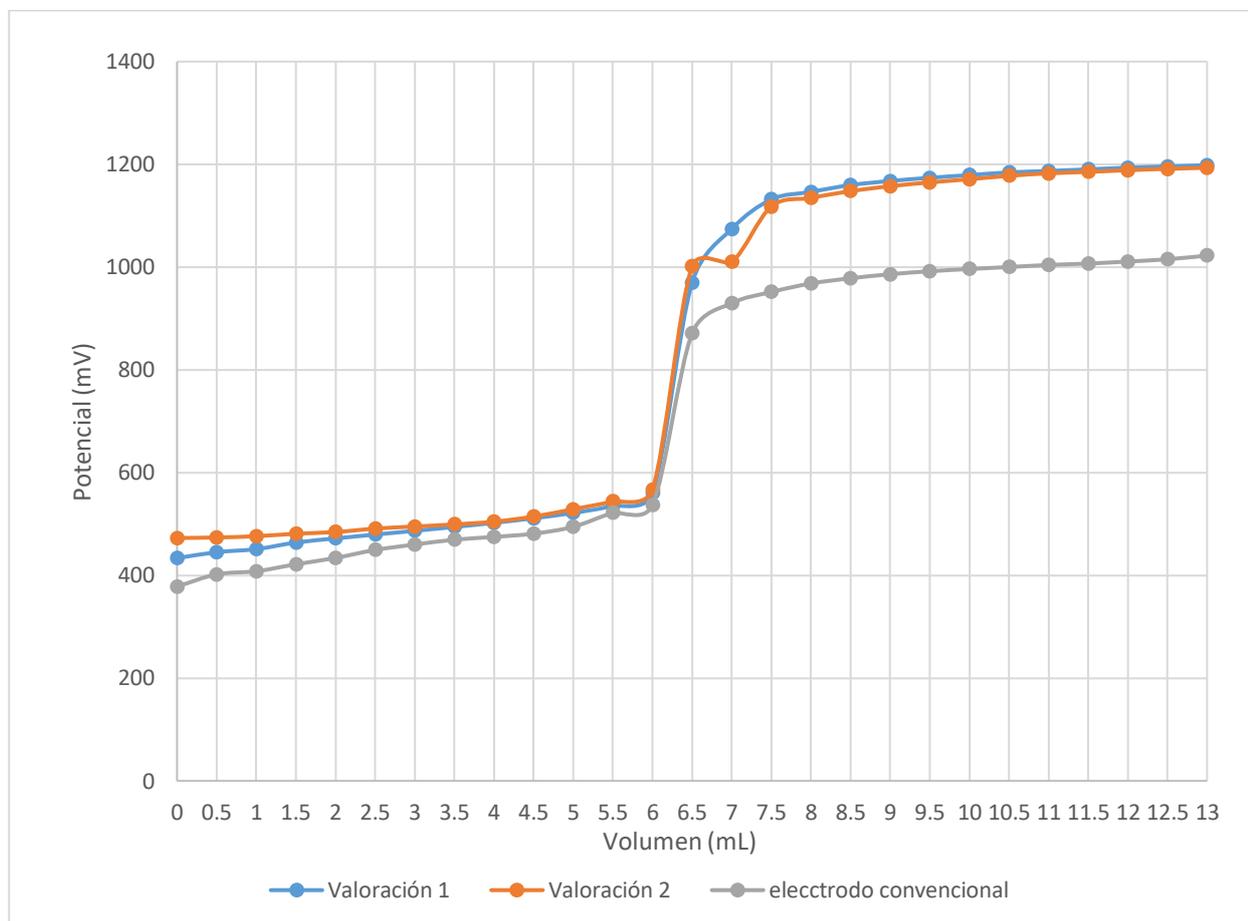
**Fotografía 1.** Prueba para corroborar el funcionamiento de la placa de platino. a) bureta, b)placa de platino, c) electrodo de referencia convencional de Ag/AgCl, d) alícuota, e) agitador magnético, f) potenciómetro.

En las siguientes tablas se registran los resultados por etapa de las valoraciones efectuadas, tomando alícuotas de 5 mL de sulfato ferroso amoniacal 0.01M, amortiguado con ácido sulfurico concentrado, valorado con sulfato cérico 0.01M, y fueron seguidas potenciométricamente con el microelectrodo elaborado y comparadas con las lecturas de un electrodo convencional.

**Tabla 1.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con la placa de platino y un electrodo de referencia Ag/AgCl, comparada con la misma valoración seguida potenciométricamente con un electrodo convencional.

Volumen (mL)	E (mV)		
	Electrodo alternativo		Electrodo convencional
	1	2	1
0.0	433.5	472.6	378.2
0.5	445.1	473.8	402.0
1.0	451.1	476.2	408.0
1.5	463.9	481.1	421.6
2.0	471.9	484.3	433.9
2.5	479.4	491.0	449.5
3.0	486.7	495.1	460.0
3.5	494.2	499.2	469.4
4.0	502.2	504.5	474.8
4.5	511.2	514.5	481.2
5.0	521.5	528.8	494.5
5.5	535.4	544.1	521.5
6.0	560.1	567.2	537.0
6.5	969.7	1001.6	870.9
7.0	1074.1	1009.8	929.4
7.5	1131.7	1117.8	951.5
8.0	1146.4	1134.6	968.1
8.5	1159.6	1147.8	978.2
9.0	1167.6	1157.5	986.1
9.5	1173.8	1164.8	991.9
10.0	1179.1	1171.0	996.3
10.5	1184.3	1177.6	1000.1
11.0	1187.1	1182.5	1004.2
11.5	1190.3	1185.2	1006.8
12.0	1193.5	1188.6	1010.9
12.5	1195.9	1191.2	1015.2
13.0	1198.4	1193.3	1022.4

En la gráfica 1 se muestran las curvas de valoración, observando la similitud que tienen los valores experimentales de la prueba que se realizó en la etapa 1, comparando las lecturas de la etapa 1 con las lecturas de un electrodo convencional.



**Gráfica 1.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con la placa de platino y un electrodo de referencia de Ag/AgCl, comparada con la misma valoración seguida potenciométricamente con un electrodo convencional

### 6.1.3 Elaboración del electrodo de platino

Una vez comprobado el funcionamiento de la placa de platino, se procede a la elaboración del electrodo de platino, esto se lleva a cabo con un tubo de vidrio de 7 mm de diámetro, e introduciendo la placa de platino dentro del tubo de vidrio, colocando cuidadosamente un poco de resina epóxica sobre la parte de la placa de platino que estará en el interior.

Posteriormente, para sellar correctamente el electrodo de platino se coloca resina epóxica sobre la unión del tubo de vidrio con la placa de platino, tratando

de no desprender la placa de platino ya unida al tubo, para después dejarlo vulcanizar en un lapso de 24 horas. Una vez que se dejó vulcanizar el tiempo requerido por la resina, se realizaron 3 valoraciones con las soluciones anteriormente mencionadas, esto con el fin de verificar el buen funcionamiento de la placa y corroborar que la resina no intervenga en las reacciones redox que se efectuarán a futuro.

Para dichas pruebas se realizó el mismo montaje que en la fotografía 1 con la diferencia que ahora la placa de platino se encuentra encapsulada en un tubo de vidrio. En las fotografías 2 y 3 se muestra el electrodo de platino ya sellado.



**Fotografía 2.** Se muestra el electrodo completamente sellado desde una vista completa.



**Fotografía 3.** Se muestra el electrodo completamente sellado desde otro ángulo del electrodo.

Dentro de la etapa 1, se realizaron dos valoraciones de Fe(II) con Ce(IV) más, esto se hace con el fin de verificar que la resina epóxica con la que se selló el electrodo de platino no intervenga en las valoraciones redox, además de comprobar que el electrodo se encuentre bien sellado, si no se encuentra bien sellado la alícuota se puede filtrar ocasionando la contaminación del electrodo, lo cual causaría una lectura errónea de la valoración, provocando así el despiece del electrodo para su posterior compostura.

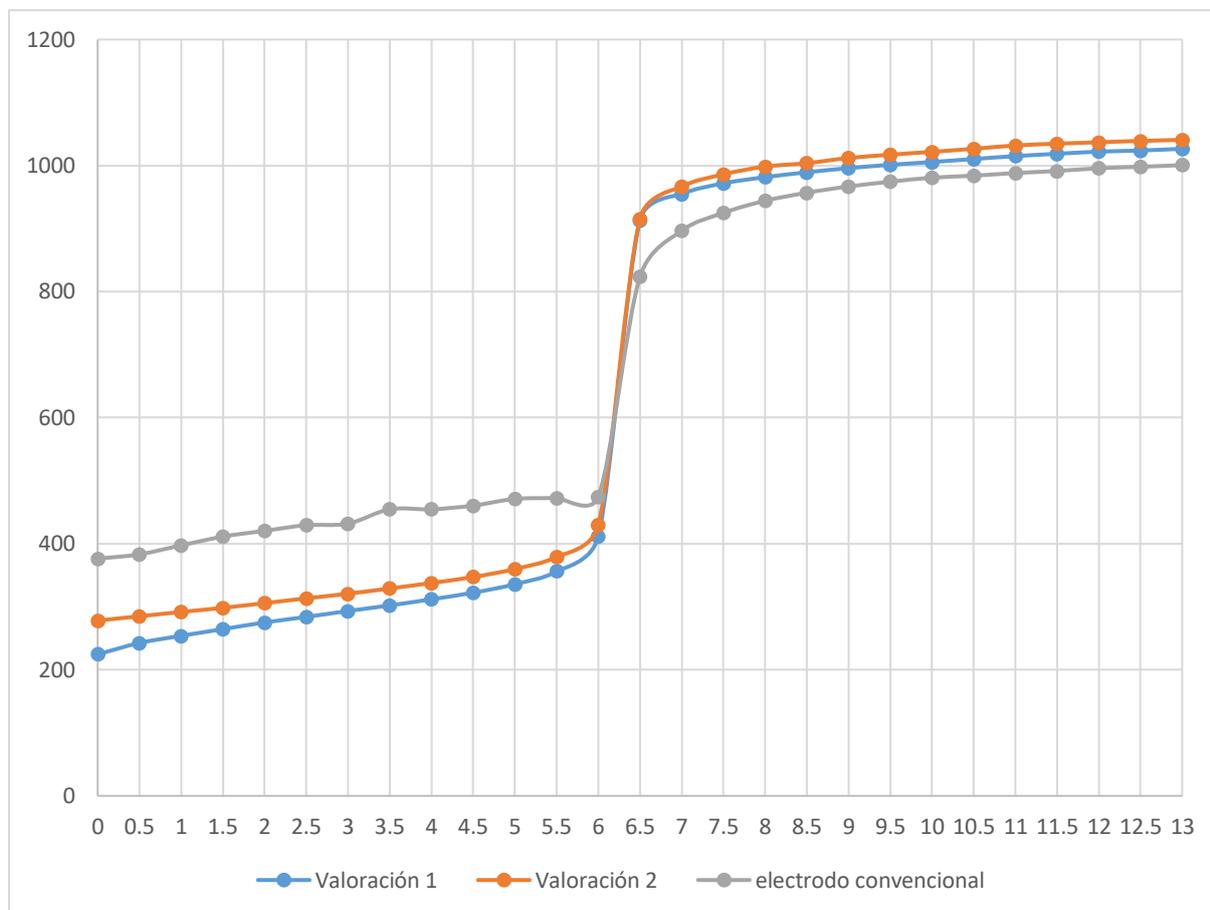
En la tabla 2 se muestran los resultados de la prueba correspondiente a la etapa 1 junto con la grafica correspondiente.

**Tabla 2.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo de referencia Ag/AgCl, comparada con la misma valoración seguida potenciométricamente con un electrodo convencional.

Volumen (mL)	E (mV)		
	Electrodo alternativo		Electrodo convencional
	1	2	1
0.0	224.6	278.1	376.2
0.5	242.5	284.9	383.2
1.0	253.9	291.8	397.4
1.5	264.5	298.3	411.3
2.0	275.1	305.7	420.5
2.5	283.9	313.4	429.4
3.0	293.3	320.7	431.9
3.5	302.1	329.0	454.7
4.0	311.9	337.7	454.6
4.5	322.3	347.2	460.5
5.0	335.8	359.9	471.1
5.5	356.3	379.5	472.6
6.0	411.7	429.3	474.4
6.5	913.2	915.4	823.4
7.0	954.6	966.3	896.3
7.5	971.7	986.0	924.9
8.0	981.6	998.4	944.1
8.5	989.3	1003.8	956.9
9.0	995.9	1012.0	966.8
9.5	1001.2	1017.2	974.3
10.0	1005.6	1021.8	980.8
10.5	1010.4	1026.6	983.9
11.0	1015.0	1031.9	988.2
11.5	1018.7	1034.7	991.4
12.0	1022.1	1037.0	995.7
12.5	1023.9	1039.1	998.1
13.0	1026.6	1040.8	1000.7

Al graficar las curvas de valoración desarrolladas en este trabajo, se obtienen muy buenos resultados del funcionamiento del electrodo de platino, comprobando así que la resina epóxica utilizada no tuvo intervención dentro de la valoración redox, además de comprobarse experimentalmente que el

electrodo de platino no tuvo ningún problema estructural dentro de la valoración, en la gráfica 2 se muestran las curvas de valoración.



**Gráfica 2.** Comparación de la valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo de referencia Ag/AgCl, comparada con la curva de valoración

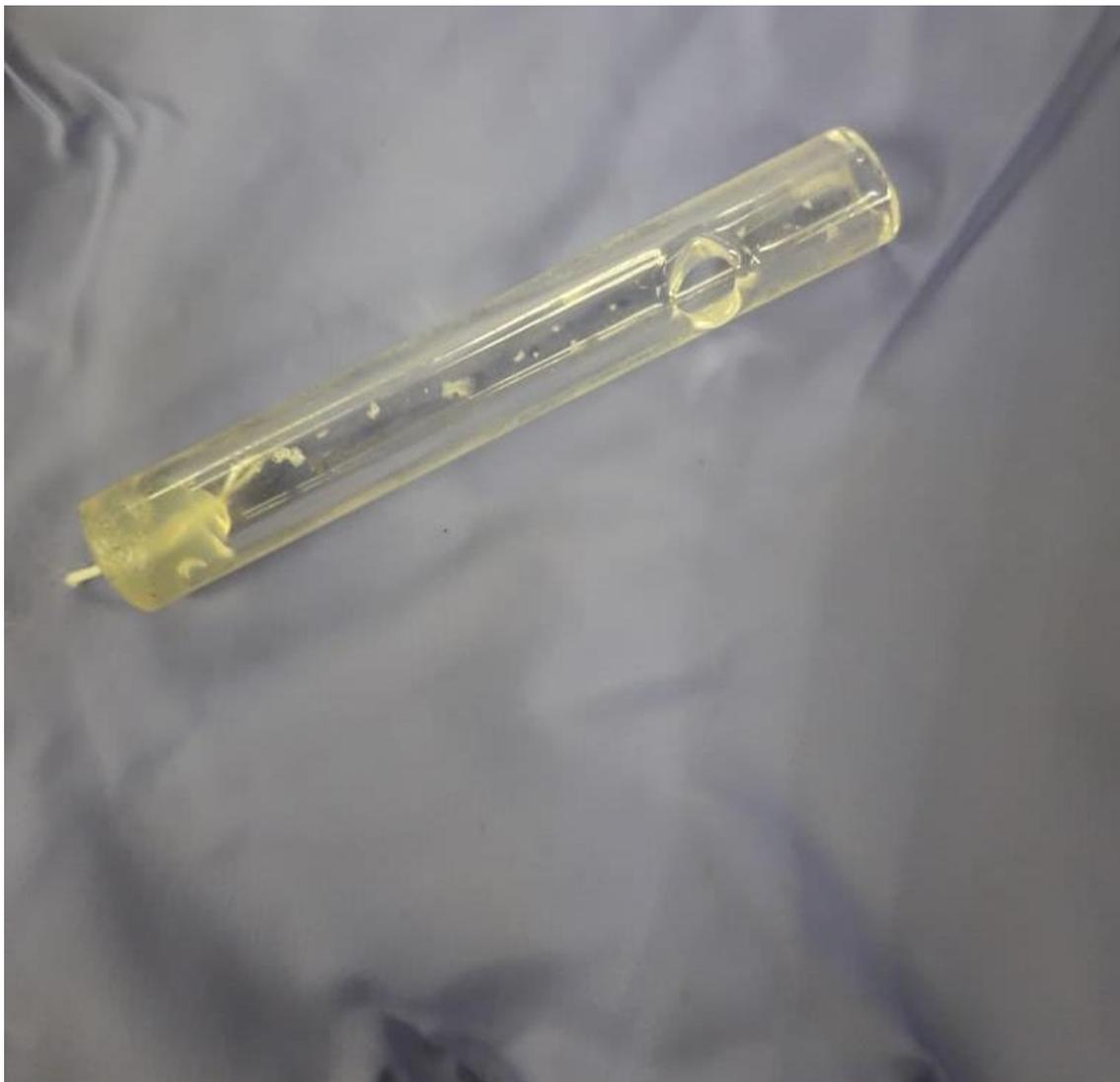
## 6.2 ETAPA 2: ELABORACIÓN Y PRUEBA DEL FUNCIONAMIENTO DEL ELECTRODO DE REFERENCIA.

### 6.2.1 Elaboración del electrodo de referencia.

Utilizando unas pinzas de punta se fractura la estructura de un electrodo roto combinado de vidrio, para obtener el alambre de Ag/AgCl correspondiente al electrodo de referencia. Posteriormente en el tubo de vidrio se hace un pequeño orificio en la parte superior con el propósito de introducir la solución de KCl saturado, se introduce el alambre de Ag/AgCl sellando así los extremos del tubo

de vidrio con polisiloxano, dejando aproximadamente 1 cm del alambre de Ag/AgCl fuera del tubo, esto se hace para la conexión del cable coaxial.

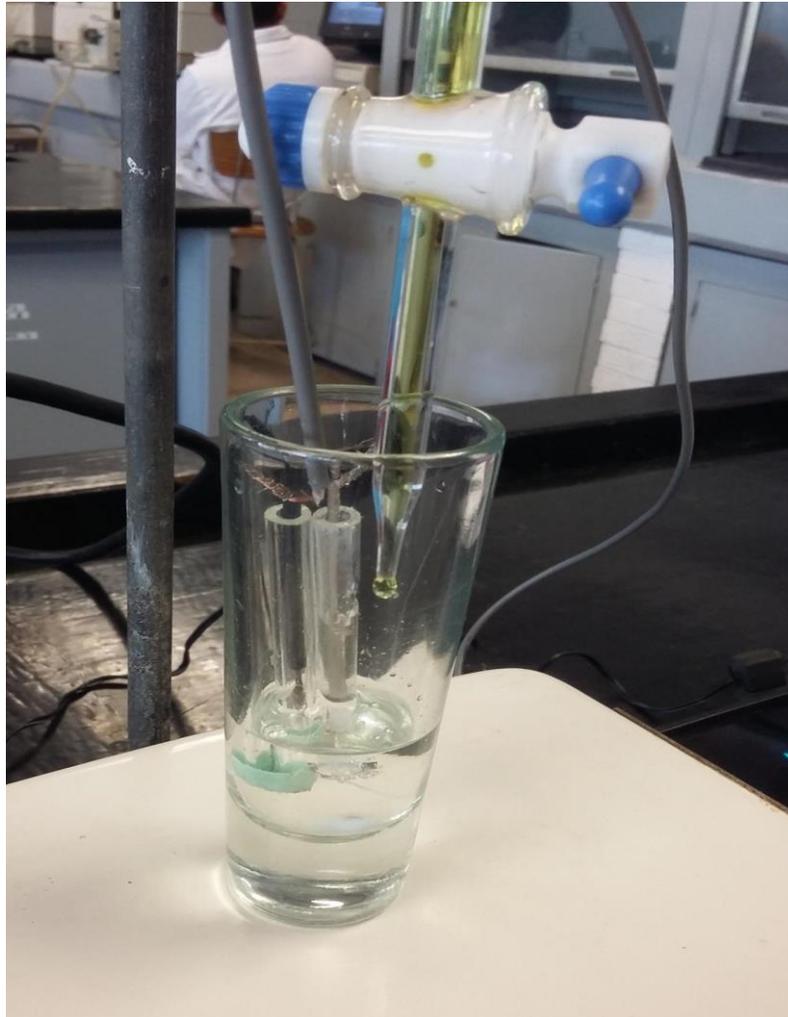
Posteriormente, se dejó secar 24 horas al igual que el electrodo de platino que es el tiempo requerido para que el polisiloxano selle de manera correcta; una vez que el polisiloxano selló, se inserta el trozo de fibra de algodón con una aguja, finalizando así el electrodo de referencia (fotografía 4).



**Fotografía 4.** Electrodo de referencia terminado.

Para verificar el adecuado funcionamiento del electrodo de referencia se realizan 2 valoraciones con las soluciones de Fe(II) 0.01M y Ce(IV) 0.01M, utilizando también el electrodo de platino ya elaborado y unido a un cable coaxial prefabricado de manera que el montaje es muy similar a los otros dos , con la

diferencia que el microelectrodo esta semiarmado tal como lo muestra la siguiente fotografía.

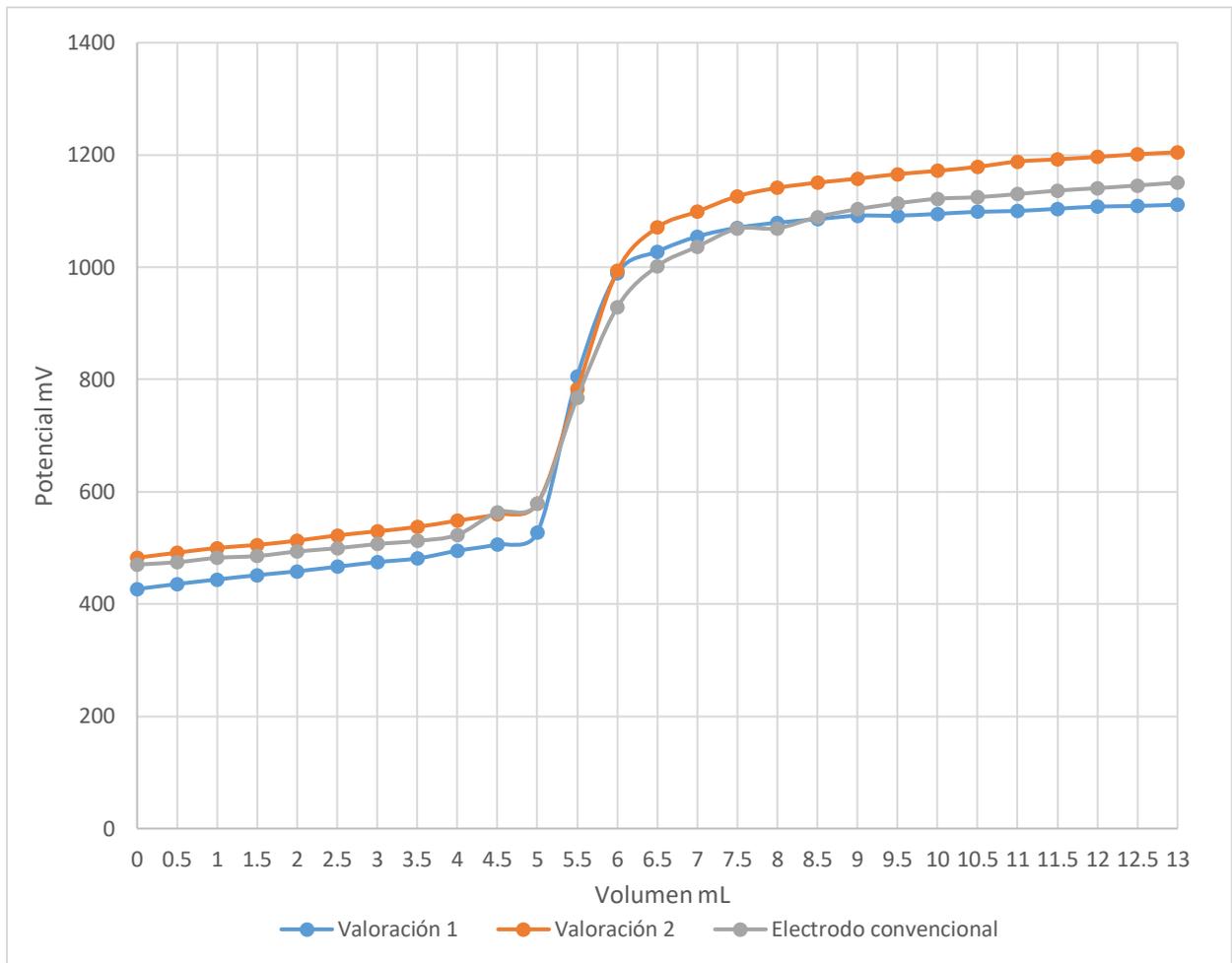


**Fotografía 5.** Prueba del microelectrodo semiarmado conectado al cable coaxial

Ahora bien, ya conocidos los resultados obtenidos del electrodo de platino, se procede a conocer los resultados de 2 valoraciones más, pero ahora con el electrodo de referencia diseñado para hacer un electrodo combinado de platino tal y como lo muestra la etapa 2 de este trabajo experimental. En la tabla 3 se muestran los resultados de las 2 valoraciones realizadas con el microelectrodo semiensamblado, comparada con la valoración realizada con electrodo convencional.

**Tabla 3.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con el microelectrodo semiensamblado, comparada con la misma valoración realizada con un electrodo convencional.

Volumen (mL)	E (mV)		
	Electrodo alternativo		Electrodo convencional
	1	2	1
0.0	426.7	482.5	470.3
0.5	435.6	491.4	474.5
1.0	443.7	499.9	482.2
1.5	451.4	505.3	485.5
2.0	458.3	512.9	493.6
2.5	466.4	522.2	499.4
3.0	474.6	529.5	506.8
3.5	481.2	537.3	512.4
4.0	494.8	548.5	523.2
4.5	506.1	559.8	563.6
5.0	526.9	578.9	578.7
5.5	805.7	782.5	767.8
6.0	989.1	993.4	928.8
6.5	1027.9	1070.7	1001.9
7.0	1054.7	1099.1	1036.7
7.5	1070.3	1126.5	1068.6
8.0	1079.3	1141.4	1069.3
8.5	1085.6	1150.6	1089.5
9.0	1091.8	1157.7	1103.4
9.5	1091.8	1165.8	1113.8
10.0	1095.0	1171.6	1121.9
10.5	1098.7	1178.8	1124.8
11.0	1100.2	1188.2	1130.3
11.5	1104.1	1192.2	1136.5
12.0	1108.0	1196.4	1140.8
12.5	1109.1	1201.2	1145.6
13.0	1111.5	1204.7	1150.7



**Gráfica 3.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciometricamente con el microelectrodo semiensamblado, comparada con la misma valoración seguida potenciometricamente con un electrodo convencional.

## 6.3 ETAPA 3: ENSAMBLADO FINAL Y PRUEBA DEL ELECTRODO DE REFERENCIA Y EL ELECTRODO DE PLATINO.

### 6.3.1 Ensamble del microelectrodo combinado.

Para esta parte y ya teniendo los microelectrodos armados cada uno por separado, se diseñó dos terminales con alambre de cobre calibre 10 para la sujeción de los electrodos, la fotografía 6 muestra las terminales que se diseñaron para los electrodos.

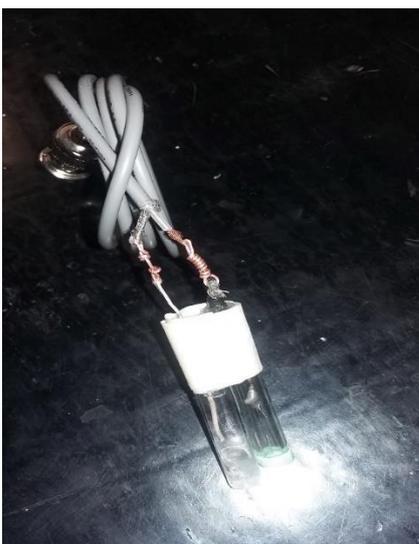


**Fotografía 6.** Terminales diseñadas para la sujeción del microelectrodo al cable coaxial.

Para finalizar el ensamblado del microelectrodo, se utilizan las terminales para unir el cable coaxial previamente fabricado con el microelectrodo alternativo como lo muestra la siguiente fotografía 7, ya por último se encapsula con resina epóxica fotografía 8.

### 6.3.2 Funcionamiento del microelectrodo combinado

Con la finalidad de comprobar el funcionamiento del microelectrodo combinado y compararlo con un electrodo comercial, se realizaron dos valoraciones oxido-reducción de sulfato ferroso amoniacal con sulfato cérico amoniacal siguiendo la reacción potenciométricamente.

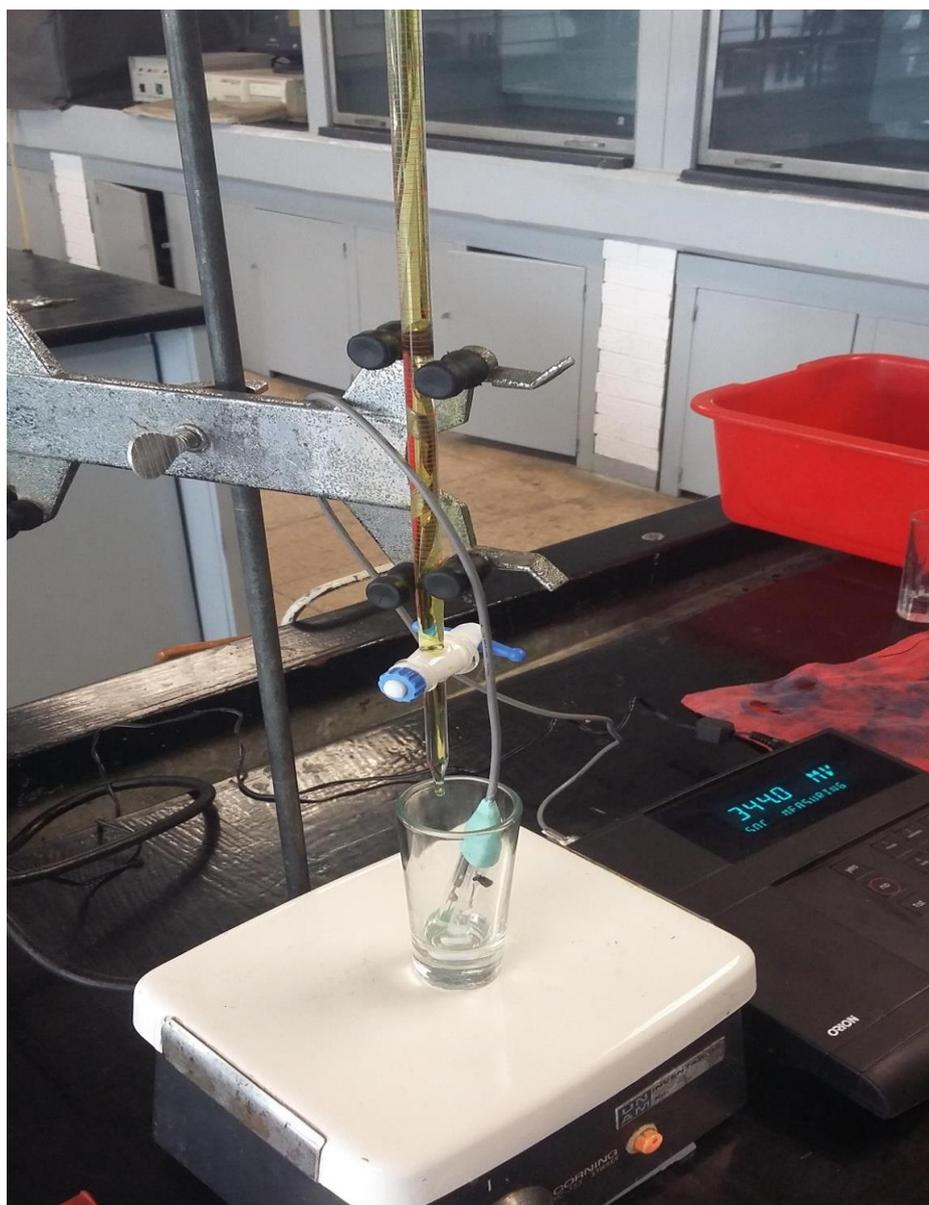


**Fotografía 7.** Ensamble de las partes del microelectrodo.



**Fotografía 8.** Microelectrodo ya ensamblado y encapsulado con resina epóxica.

Se realizaron 2 valoraciones con el microelectrodo ya encapsulado con resina epóxica, con la diferencia de que se tomaron 3 mL como alícuota de sulfato ferroso amoniacal, esto se debe a la estructura final del microelectrodo por lo que se buscó la manera de adecuar la valoración, lo cual se logró reduciendo el volumen de la alícuota y por consiguiente el volumen del titulante, lo que conlleva a un ahorro de las soluciones empleadas en esta experimentación.



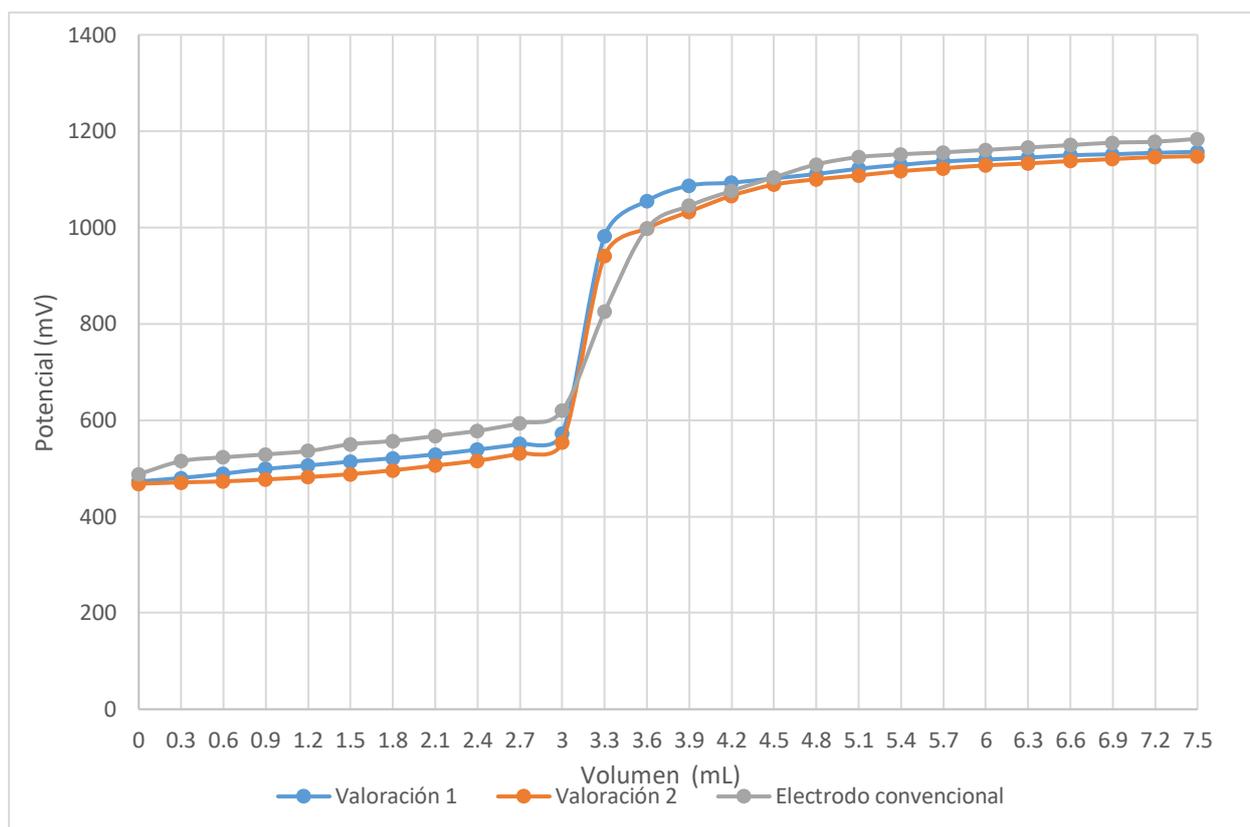
**Fotografía 9.** Prueba de funcionamiento del microelectrodo combinado.

En la tabla 4 se muestra los resultados de las valoraciones finales para el primer microelectrodo, junto con las curvas de valoración trazadas de  $E=f(V)$  obteniendo

muy buenos resultados y corroborando así que el encapsulamiento con la resina epóxica funciona correctamente.

**Tabla 4.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con el microelectrodo 1 ya ensamblado, comparada con la misma valoración con un electrodo convencional.

Volumen (mL)	E mV		
	Electrodo alternativo		Electrodo convencional
	1	2	1
0.0	473	468	488
0.3	480	471	515
0.6	489	473	523
0.9	499	477	529
1.2	506	482	536
1.5	514	488	550
1.8	521	496	557
2.1	529	506	567
2.4	539	516	578
2.7	551	531	594
3.0	573	554	620
3.3	982	941	825
3.6	1055	998	998
3.9	1087	1033	1045
4.2	1093	1066	1076
4.5	1102	1089	1104
4.8	1111	1100	1131
5.1	1122	1108	1146
5.4	1130	1117	1152
5.7	1137	1123	1156
6.0	1141	1129	1161
6.3	1145	1133	1166
6.6	1150	1138	1171
6.9	1152	1142	1176
7.2	1155	1146	1178
7.5	1157	1148	1184



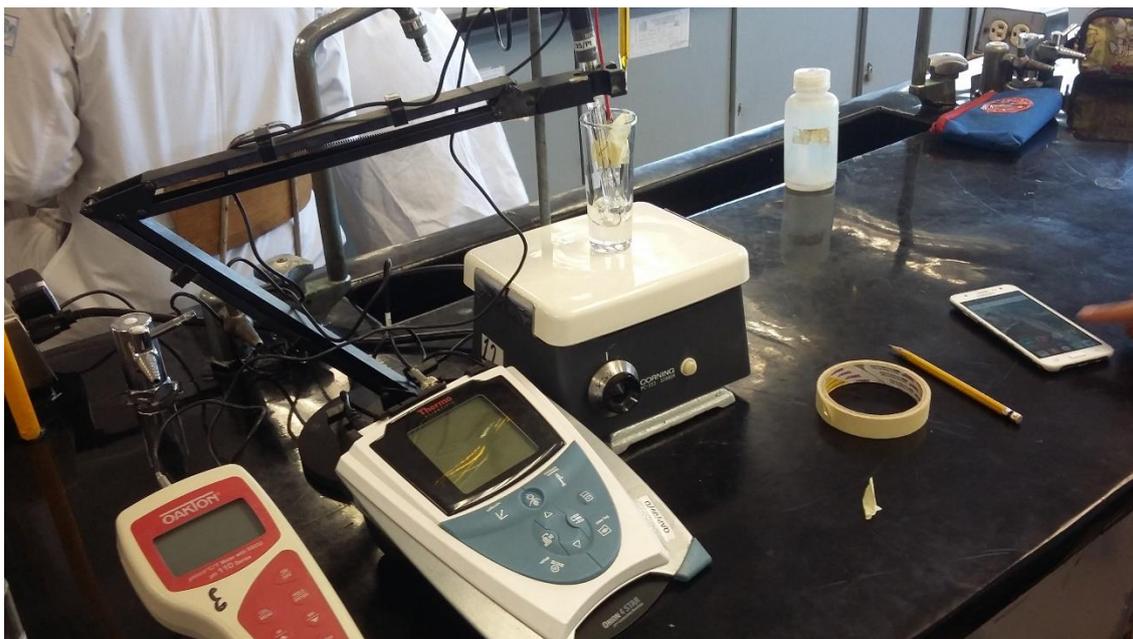
**Gráfica 4.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con el microelectrodo 1 ya ensamblado, comparada con la misma valoración seguida potenciométricamente con un electrodo convencional.

Con esta gráfica se da por terminado el diseño y elaboración del primer microelectrodo alternativo, afirmando una vez más que dicho microelectrodo cubre perfectamente con las necesidades de una valoración redox.

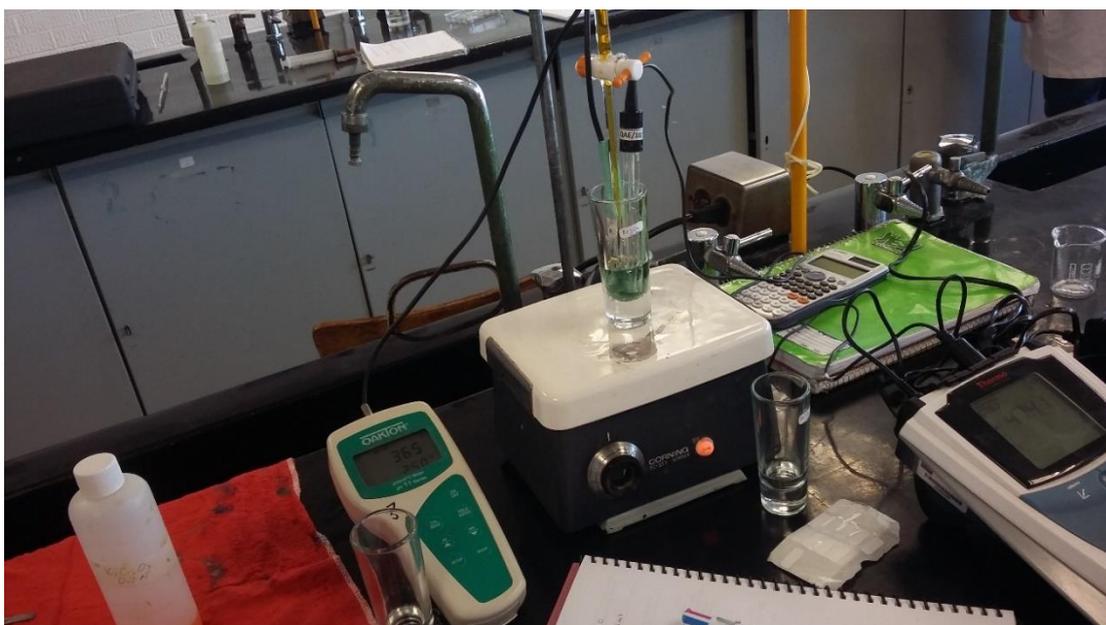
#### 6.4 ETAPA 4: ACTIVIDAD DOCENTE.

Esta actividad consiste en proporcionar los microelectrodos ensamblados a un grupo de alumnos de la materia Química Analítica II dirigido por el Dr. J. de Jesús Pérez Saavedra, dicha actividad consiste en hacer una valoración redox de cloruro ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N en medio ácido y sin amortiguar por lo que será seguida potenciométricamente con el electrodo convencional combinado de platino y los microelectrodos combinados de platino, esto se llevó a cabo simultáneamente por lo que se llevará un registro de ambos electrodos por equipo, y la valoración se realizará por triplicado para recabar más datos y así tener más confiabilidad de los microelectrodos.

Las soluciones de sulfato ferroso 0.1 N y dicromato de potasio 0.2 N en medio ácido fueron preparadas previamente para que los alumnos de la clase las utilicen para realizar sus valoraciones en medio ácido, una vez comprobado el funcionamiento de los microelectrodos se realizó el tratamiento matemático para verificar que los microelectrodos alternativos son completamente confiables y poder sustituir algunos electrodos ya deteriorados en la sección de Química Analítica.



**Fotografía 10.** Se Muestra el montaje efectuado por los alumnos de Química Analítica II donde se puede apreciar que la valoración se sigue simultáneamente con un electrodo combinado convencional y un electrodo alternativo.



**Fotografía 11.** Muestra el montaje que realizaron los alumnos de química analítica II donde se aprecia la valoración potenciométrica por ambos electrodos.

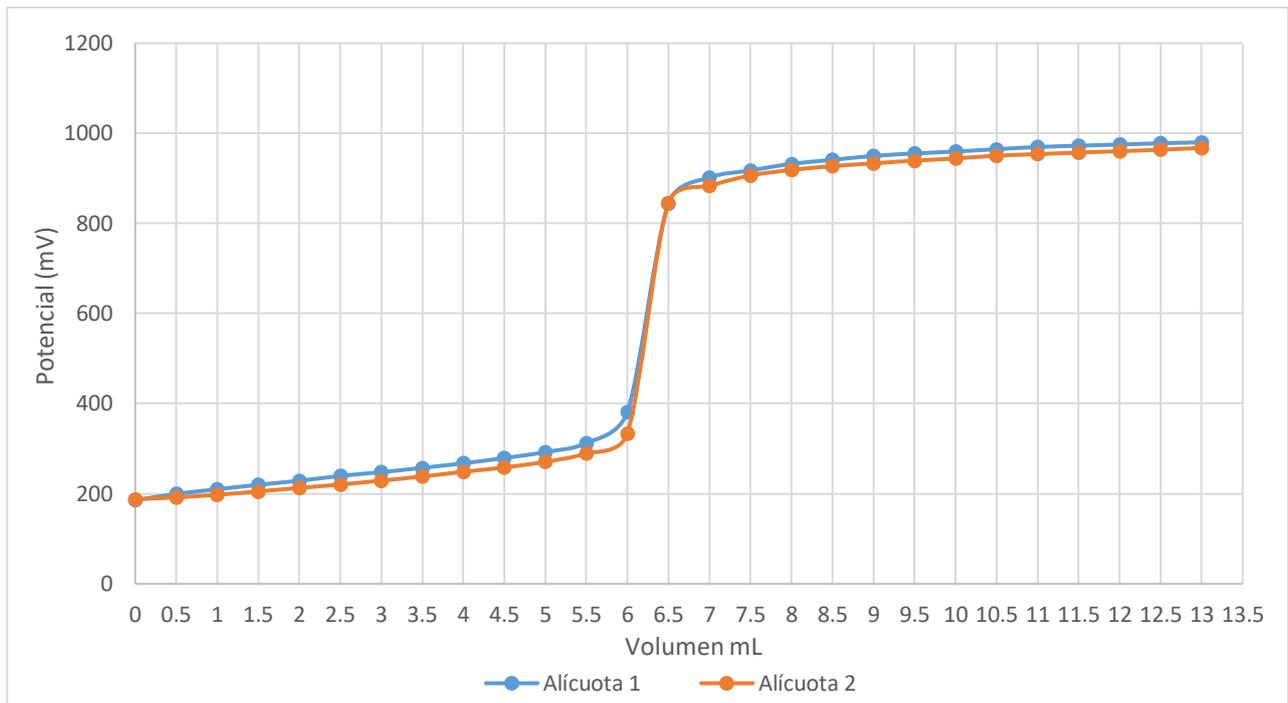
## 7. RESULTADOS

El procedimiento que se describió con anterioridad es el mismo para los microelectrodos 2 y 3, por lo que los resultados de ambos microelectrodos se mostrarán en orden de elaboración, sin ningún cambio aparente de las valoraciones realizadas por etapa, esto se debe a que las placas de platino son exactamente iguales y de la misma marca (Corning) por lo que el método utilizado en la elaboración de los electrodos puede ser predecible.

En seguida se muestran las tablas de las etapas 1 y 4 de los electrodos 2 y 3, puesto que son las más relevantes dentro de la experimentación, esto es porque dentro del tratamiento de las placas de platino como se describió anteriormente puede ser predecible el resultado ya que se trata de la misma marca de electrodos (Corning), posteriormente se hará una comparación de los gráficos de los microelectrodos con el fin de comparar todas las curvas de estos con las de un electrodo convencional.

**Tabla 5 microelectrodo 2.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo de referencia Ag/AgCl.

Volumen del titulante (mL)	E mV	
	1	2
0.0	185.4	187.9
0.5	199.6	191.9
1.0	209.7	197.6
1.5	219.7	204.9
2.0	228.7	212.8
2.5	239.4	220.3
3.0	247.8	229.0
3.5	257.3	238.1
4.0	267.5	248.6
4.5	279.1	258.2
5.0	292.3	270.8
5.5	312.5	289.7
6.0	381.9	333.8
6.5	844.1	845.2
7.0	901.2	882.7
7.5	917.5	906.2
8.0	932.1	918.6
8.5	941.0	927.0
9.0	949.7	933.4
9.5	955.2	939.2
10.0	959.4	944.1
10.5	964.7	950.3
11.0	969.4	953.7
11.5	972.4	957.2
12.0	974.9	960.3
12.5	977.8	963.5
13.0	979.9	967.5



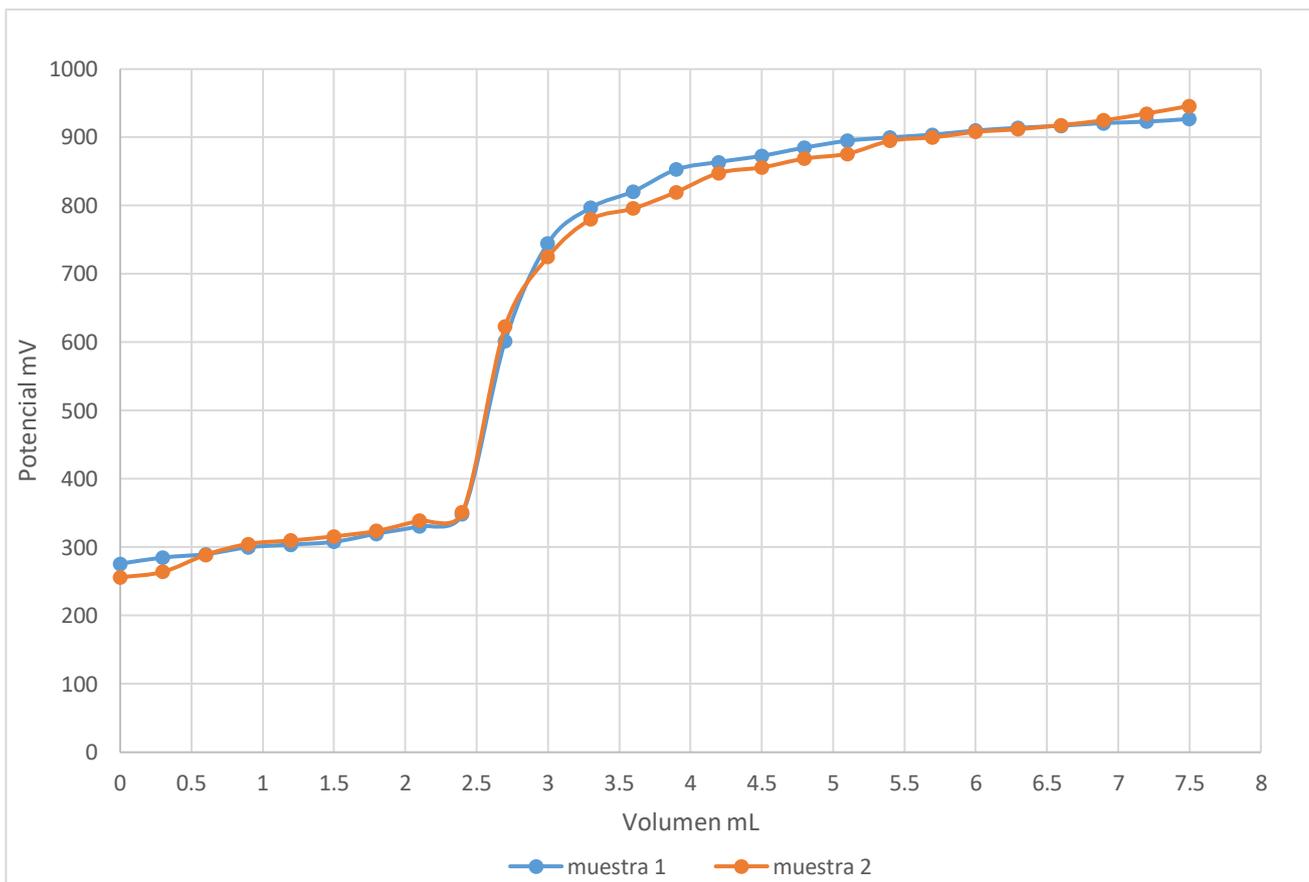
**Gráfica 5 microelectrodo 2.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo de referencia Ag/AgCl.

Como se aprecia en el gráfico del microelectrodo 2, la placa de platino sellada con resina epóxica en un tubo de vidrio de 7 mm de diámetro funciona adecuadamente, teniendo una variación muy pequeña dentro de la misma prueba que puede deberse a la ejecución de la valoración en sí.

Por lo tanto se puede afirmar que la segunda placa de platino recuperada es viable para la elaboración del segundo microelectrodo, solo se diferencia de la prueba anterior por el volumen de la alícuota que se trata de 3 mL, esto es debido al ahorro de soluciones de la valoración.

**Tabla 6. Microelectrodo 2.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con el segundo microelectrodo ensamblado.

Volumen del titulante (mL)	E mV	
	1	2
0.0	276	256
0.3	285	264
0.6	290	289
0.9	300	305
1.2	304	310
1.5	308	316
1.8	320	324
2.1	331	339
2.4	349	351
2.7	602	623
3.0	745	725
3.3	797	780
3.6	821	796
3.9	853	820
4.2	864	848
4.5	873	856
4.8	885	869
5.1	895	876
5.4	900	895
5.7	904	900
6.0	910	908
6.3	914	912
6.6	917	918
6.9	921	925
7.2	923	935
7.5	927	946



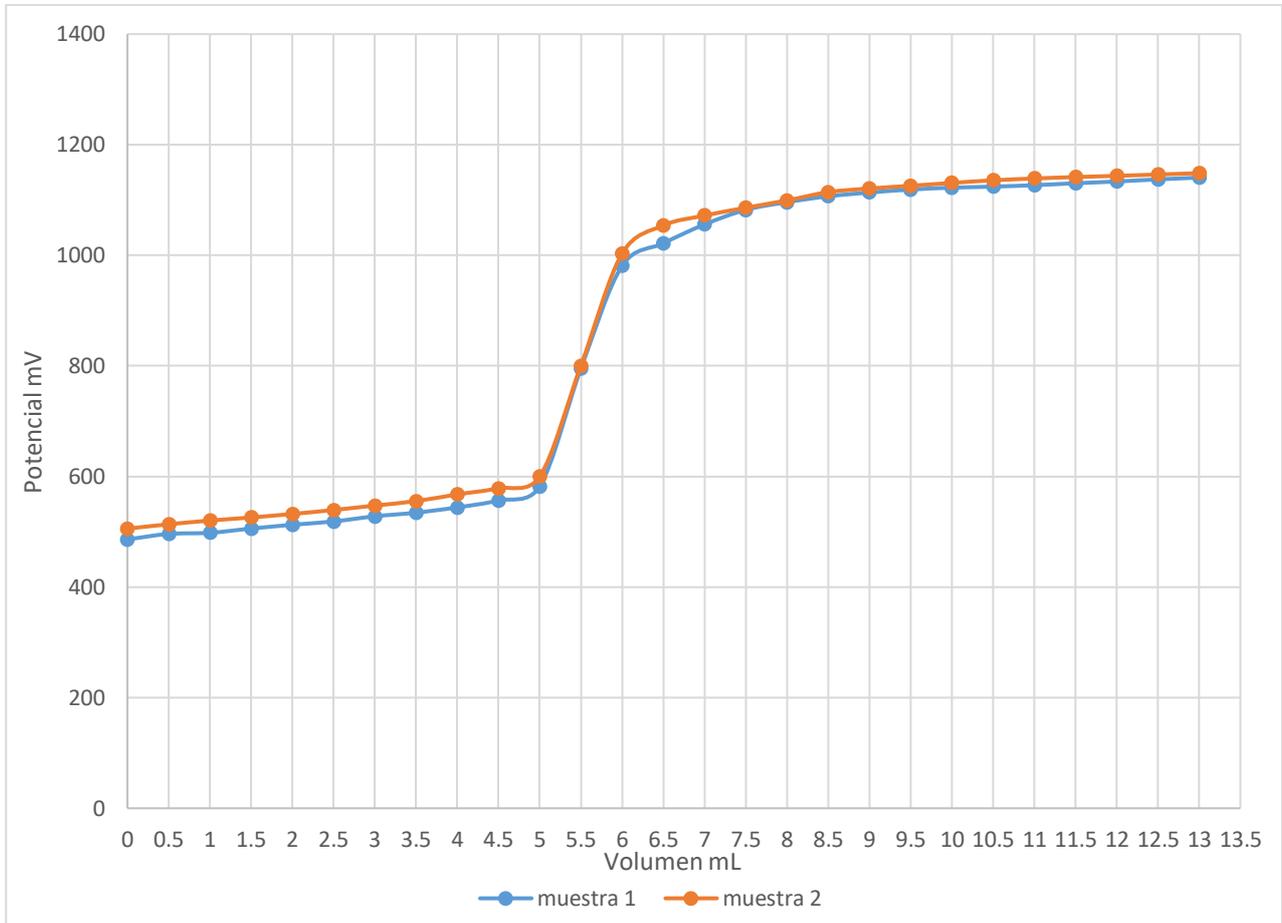
**Gráfica 6. Microelectrodo 2.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométricamente con el segundo microelectrodo ensamblado.

Como se aprecia en el gráfico, el segundo microelectrodo también presenta una variación muy pequeña, pero es completamente funcional para valoraciones redox al igual que el primer microelectrodo, por lo que el segundo microelectrodo tiene un fallo a favor de este trabajo experimental.

Para el tercer microelectrodo, solo se harán menciones de los valores obtenidos y registrados en la tabla 7, así como también de las curvas de valoración.

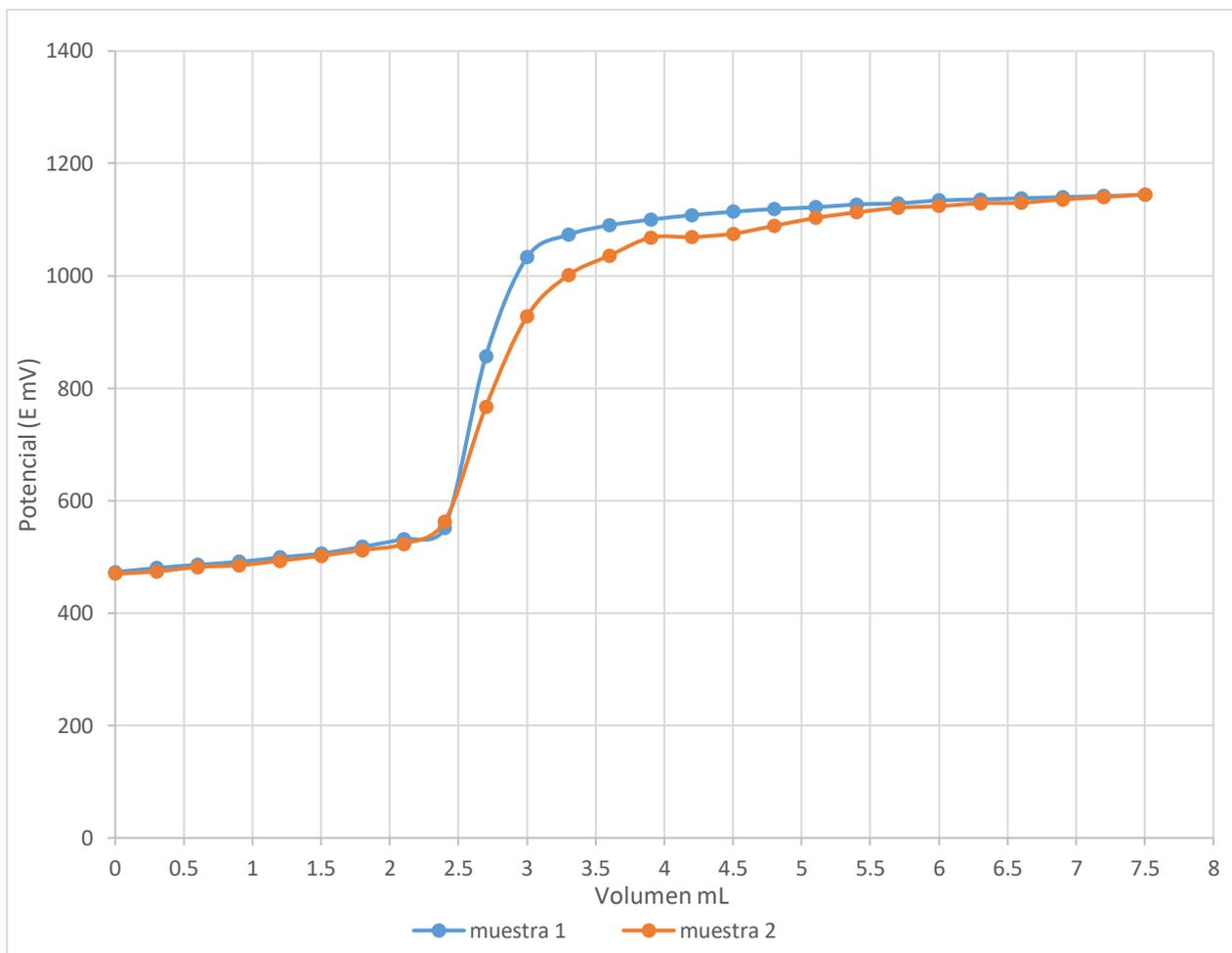
**Tabla 7. microelectrodo 3.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo de referencia Ag/AgCl.

Volumen del titulante (mL)	E mV	
	1	2
0.0	486	506
0.5	496	514
1.0	498	520
1.5	506	526
2.0	513	532
2.5	519	539
3.0	528	547
3.5	535	556
4.0	544	568
4.5	557	579
5.0	582	600
5.5	795	800
6.0	981	1003
6.5	1022	1054
7.0	1056	1072
7.5	1082	1086
8.0	1096	1099
8.5	1107	1114
9.0	1114	1121
9.5	1119	1126
10.0	1122	1131
10.5	1124	1136
11.0	1127	1139
11.5	1130	1142
12.0	1134	1144
12.5	1137	1146
13.0	1141	1149



**Gráfica 7. microelectrodo 3.** Valoración de sulfato ferroso amoniaco 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con la placa de platino sellada con resina epóxica y un electrodo Ag/AgCl.

<b>Tabla 8. Microelectrodo 3.</b> Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con el tercer microelectrodo ensamblado.		
Volumen del titulante (mL)	E mV	
	1	2
0.0	473	470
0.3	480	474
0.6	486	482
0.9	491	485
1.2	499	493
1.5	506	502
1.8	518	512
2.1	532	523
2.4	552	563
2.7	857	767
3.0	1033	928
3.3	1073	1001
3.6	1090	1036
3.9	1100	1068
4.2	1108	1069
4.5	1114	1075
4.8	1119	1089
5.1	1122	1103
5.4	1127	1113
5.7	1129	1121
6.0	1134	1124
6.3	1136	1129
6.6	1138	1130
6.9	1140	1136
7.2	1142	1140
7.5	1144	1145



**Gráfica 8. Microelectrodo 3.** Valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01M con sulfato cérico 0.01M seguida potenciométrica con el tercer microelectrodo ensamblado.

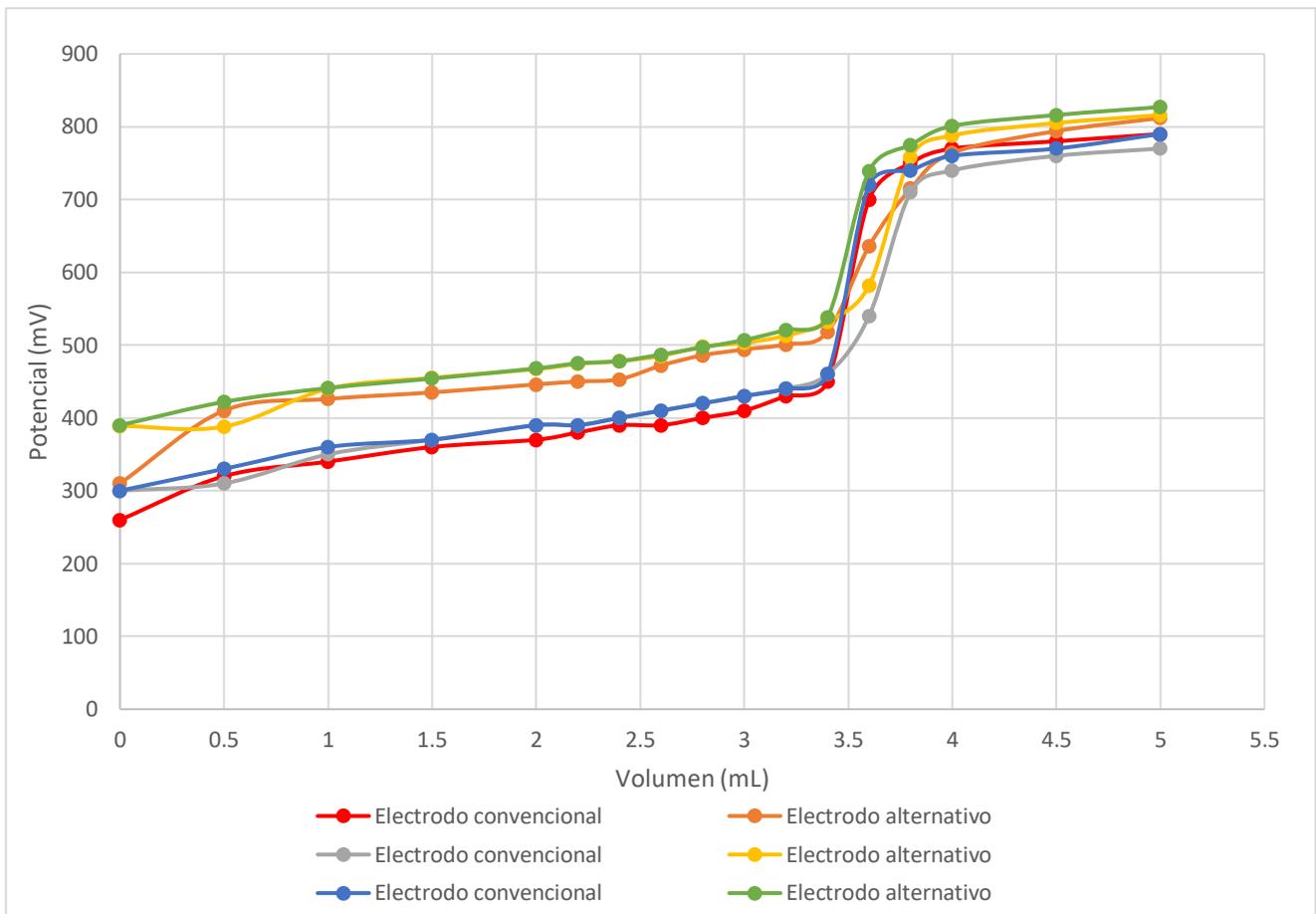
Con este último gráfico se cierran los resultados de la etapa 3 de este trabajo experimental, lo que prosigue son los resultados de la actividad docente la cual ya ha sido explicada anteriormente en la metodología.

## 8.RESULTADOS DE LA ACTIVIDAD DOCENTE

Los resultados de las valoraciones realizadas por los alumnos se presenta en las tablas 9, 10 y 11, cada una con su respectiva gráfica haciendo una comparación de las lecturas que arrojaron los electrodos durante la valoración, y cada tabla corresponde a los equipos de alumnos que usaron los microelectrodos elaborados.

**Tabla 9 equipo 1.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

Volumen (mL)	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	E (mV)			E (mV)		
	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3
0.0	260	300	300	310	389	390
0.5	320	310	330	410	388	422
1.0	340	350	360	426	440	441
1.5	360	370	370	435	455	454
2.0	370	390	390	446	467	468
2.2	380	390	390	450	474	475
2.4	390	400	400	453	478	478
2.6	390	410	410	472	485	487
2.8	400	420	420	486	498	497
3.0	410	430	430	494	503	507
3.2	430	440	440	501	513	521
3.4	450	460	460	518	532	538
3.6	700	540	720	636	582	739
3.8	750	710	740	715	758	775
4.0	770	740	760	764	788	801
4.5	780	760	770	794	805	816
5.0	790	770	790	812	816	827



**Gráfica 9 equipo 1.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

La gráfica 9 se conforma de la siguiente manera, se graficaron las curvas conforme al número de valoración correspondiente de la tabla 9 por ejemplo:

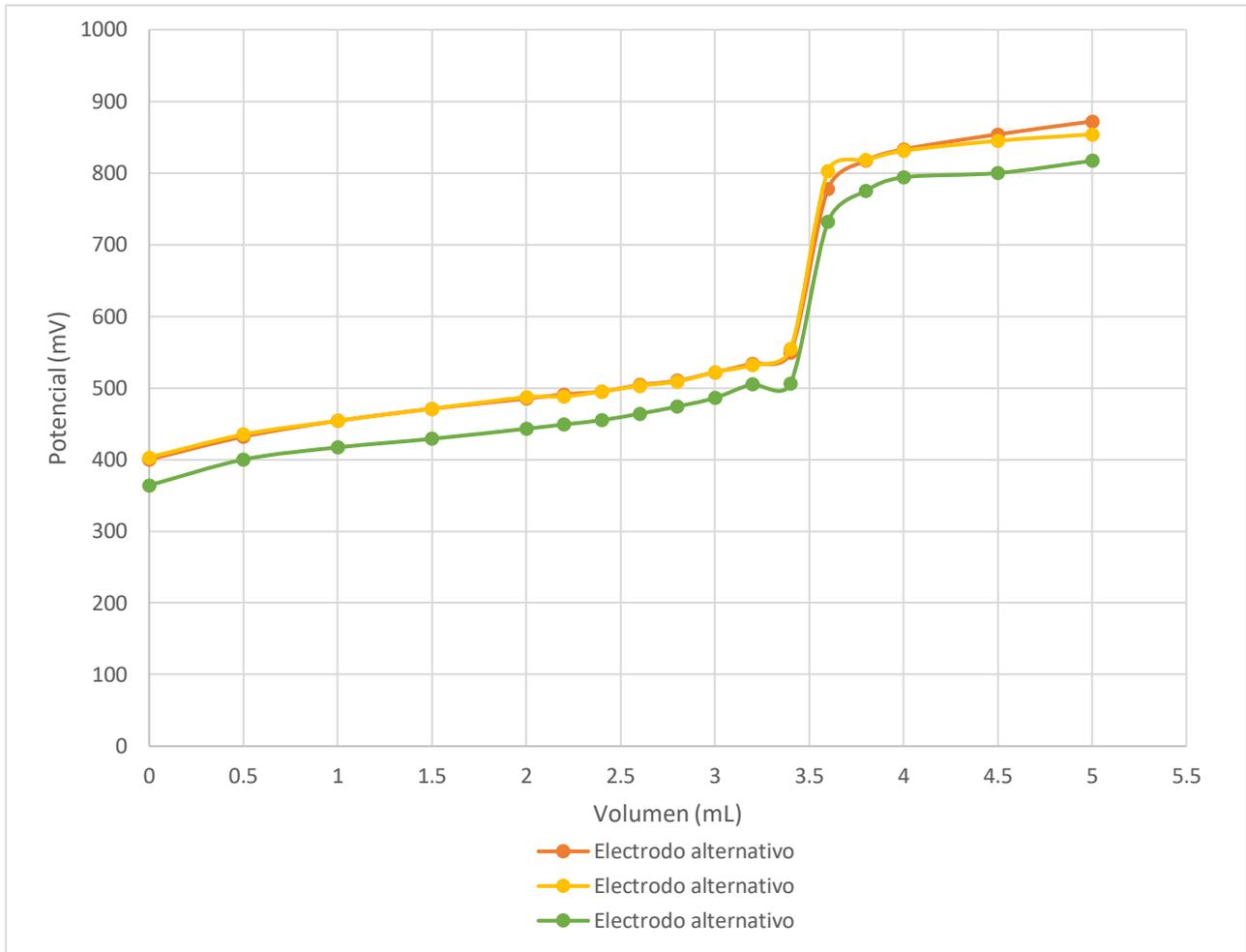
**Tabla 9 equipo 1.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

Volumen (mL)	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	E (mV)			E (mV)		
	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3
0.0	260	300	300	310	389	390
0.5	320	310	330	410	388	422
1.0	340	350	360	426	440	441
1.5	360	370	370	435	455	454
2.0	370	390	390	446	467	468
2.2	380	390	390	450	474	475

Del mismo modo, para las gráficas 10 y 11 se hizo el mismo acómado de curvas de valoración para su mejor identificación y comparación.

**Tabla 10 equipo 2.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

Volumen (mL)	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	E (mV)			E (mV)		
	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3
0.0	225	278	272	400	403	364
0.5	307	350	348	432	435	400
1.0	347	380	376	454	454	417
1.5	373	398	396	471	471	429
2.0	388	403	408	485	487	443
2.2	392	407	414	491	488	449
2.4	393	411	419	495	495	455
2.6	402	413	422	504	503	464
2.8	404	414	429	510	509	474
3.0	408	416	432	522	522	486
3.2	412	421	435	534	532	505
3.4	415	426	436	549	554	506
3.6	478	468	486	778	803	732
3.8	493	484	496	817	818	775
4.0	504	498	516	833	831	794
4.5	520	512	524	854	845	800
5.0	537	548	551	872	854	817

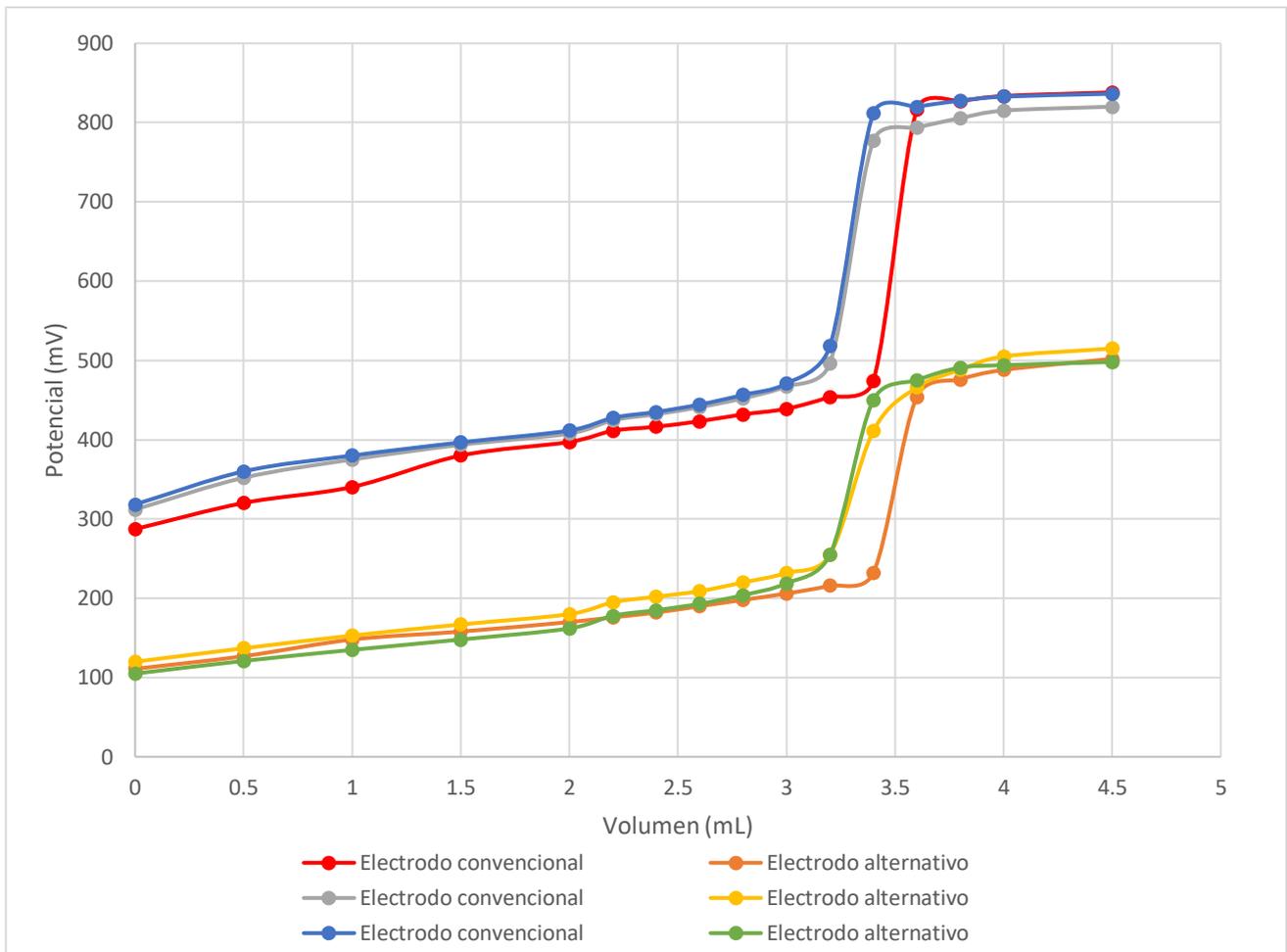


**Gráfica 10 equipo 2.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente con el microelectrodo alternativo.

Los datos registrados con el electrodo convencional, no tienen el comportamiento esperado por lo que no denotan el punto de equivalencia de manera clara como los datos del electrodo alternativo, el porque de esto puede ser que tal vez el electrodo convencional no fue saturado adecuadamente, por lo que el microelectrodo alternativo tuvo mejores lecturas que el convencional, lo cual quiere decir que probablemente el electrodo convencional usado en la actividad docente, no funcione correctamente o probablemente estuviera contaminado por algún otro agente ajeno a la experimentación.

**Tabla 11 equipo 3.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

Volumen (mL)	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	E (mV)			E (mV)		
	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3	Valoración 1	Valoración 2	Valoración 3
0.0	287	312	318	111	120	105
0.5	320	352	360	127	137	121
1.0	340	375	380	148	153	135
1.5	380	394	397	158	167	148
2.0	397	408	412	170	180	162
2.2	411	425	428	176	195	178
2.4	416	432	435	182	202	185
2.6	423	441	444	190	209	193
2.8	432	452	457	198	220	204
3.0	439	467	471	206	232	219
3.2	454	496	518	216	255	255
3.4	474	777	812	232	411	450
3.6	816	793	820	454	466	475
3.8	827	806	828	476	488	491
4.0	833	815	833	488	505	494
4.5	838	820	836	502	515	498



**Gráfica 11 equipo 3.** Valoración potenciométrica de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente simultáneamente con el electrodo combinado convencional y microelectrodo alternativo.

Observando la gráfica 11, se puede percibir claramente que los resultados arrojados por los microelectrodos alternativos son completamente confiables al igual que los del electrodo convencional, ahora revisando los resultados de los microelectrodos alternativos tuvieron una variación pero solo en la lectura del potenciómetro, pero se puede apreciar que el punto de equivalencia aparentemente es similar a lo que arrojó el electrodo convencional.

## 9. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA ACTIVIDAD DOCENTE

Con el fin de obtener el punto de equivalencia de la valoración en la actividad docente, se aplica el método de primera derivada:

PRIMERA DERIVADA:

El método consiste en calcular la diferencia de potencial con respecto a la diferencia de volumen, por lo que se usa la siguiente ecuación:

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} = \frac{E_2 - E_1}{V_2 - V_1}$$

Por ejemplo, para calcular el punto de equivalencia de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N, seguida potenciométricamente con el microelectrodo alternativo se tienen los siguientes datos:

$$E_1 = 310 \text{ mV}$$

$$E_2 = 410 \text{ mV}$$

$$V_1 = 0 \text{ mL}$$

$$V_2 = 0.5 \text{ mL}$$

Haciendo la sustitución:

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} = \frac{E_2 - E_1}{V_2 - V_1} = \frac{410 - 310}{0.5 - 0} = 200$$

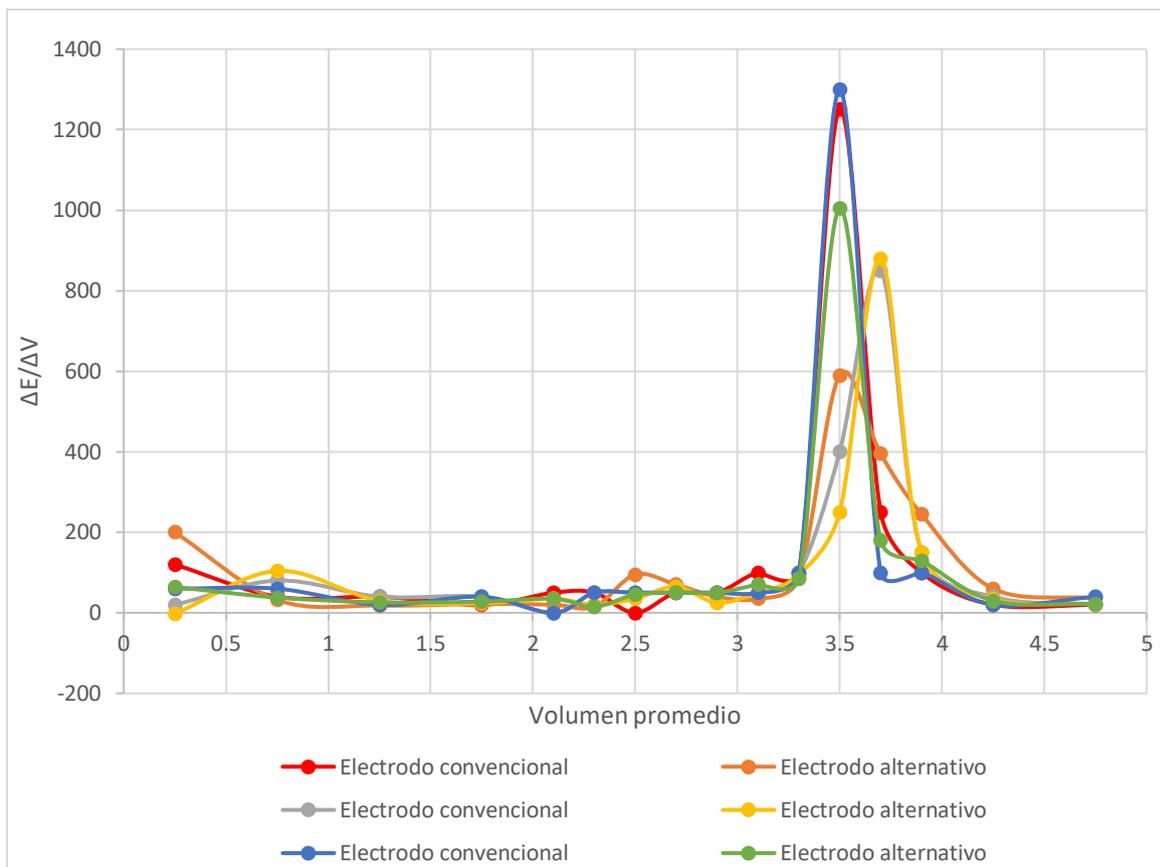
Se continúa así hasta obtener la primera derivada de cada valoración obtenida con cada electrodo. Posteriormente se obtiene el volumen promedio para cada punto. Esto obtiene con un promedio aritmético:

$$Vol_{promedio} = \frac{V_1 + V_2}{2} = \frac{0 \text{ mL} + 0.5 \text{ mL}}{2} = 0.25 \text{ mL}$$

Se continúa con el resto de los valores de volumen de modo que se obtienen las tablas 12, 13 y 14, cada una con su respectiva grafica, esto se hace para cada valoración tanto del electrodo convencional, como del microelectrodo alternativo.

**Tabla 12 equipo 1.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

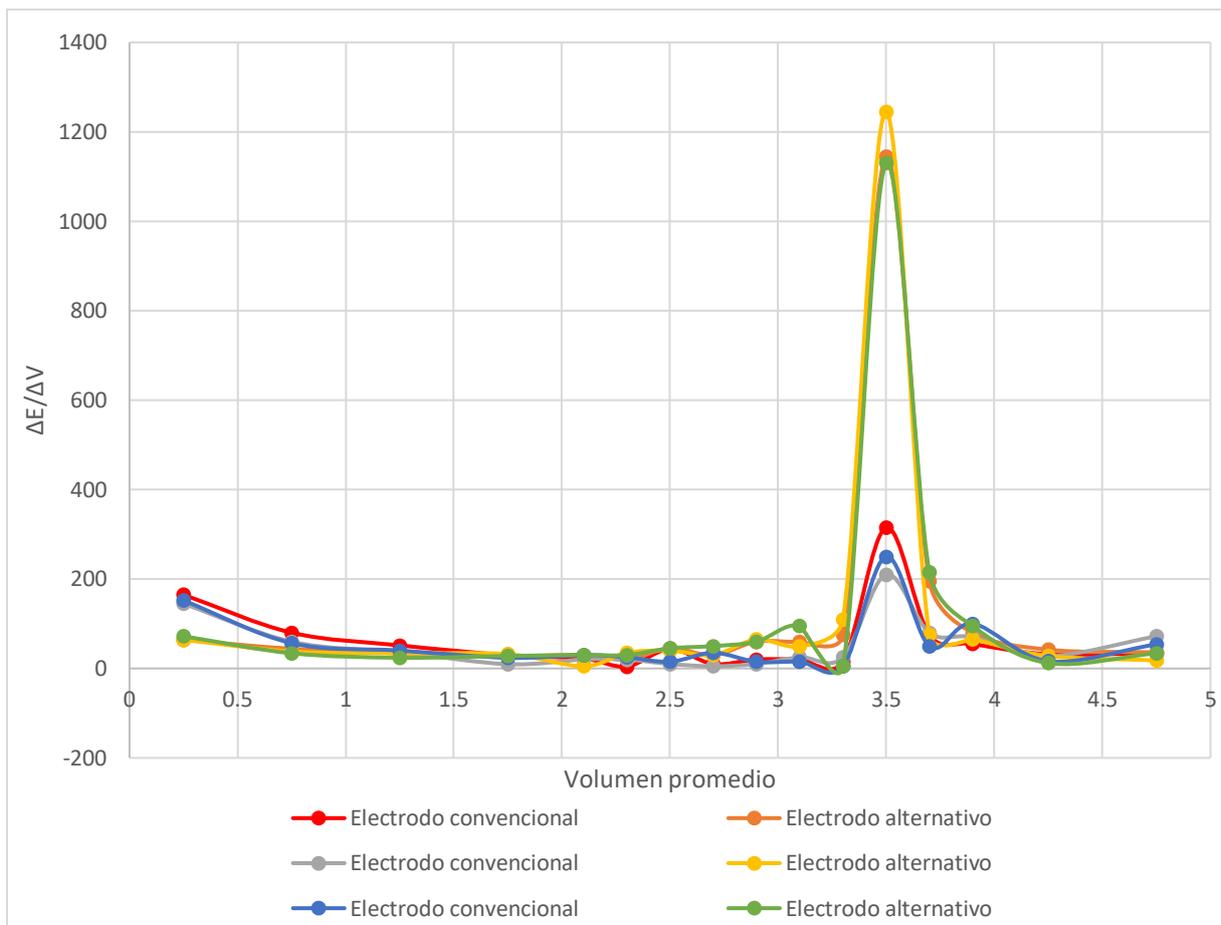
Volumen promedio	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	$\Delta E/\Delta V$			$\Delta E/\Delta V$		
0.25	120	20	60	200	-2	64
0.75	40	80	60	32	104	38
1.25	40	40	20	18	30	26
1.75	20	40	40	22	24	28
2.1	50	0	0	20	35	35
2.3	50	50	50	15	20	15
2.5	0	50	50	95	35	45
2.7	50	50	50	70	65	50
2.9	50	50	50	40	25	50
3.1	100	50	50	35	50	70
3.3	100	100	100	85	95	85
3.5	<b>1250</b>	400	<b>1300</b>	<b>590</b>	250	<b>1005</b>
3.7	250	<b>850</b>	100	395	<b>880</b>	180
3.9	100	150	100	245	150	130
4.25	20	40	20	60	34	30
4.75	20	20	40	36	22	22



**Gráfica 12 equipo 1.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

**Tabla 13 equipo 2.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

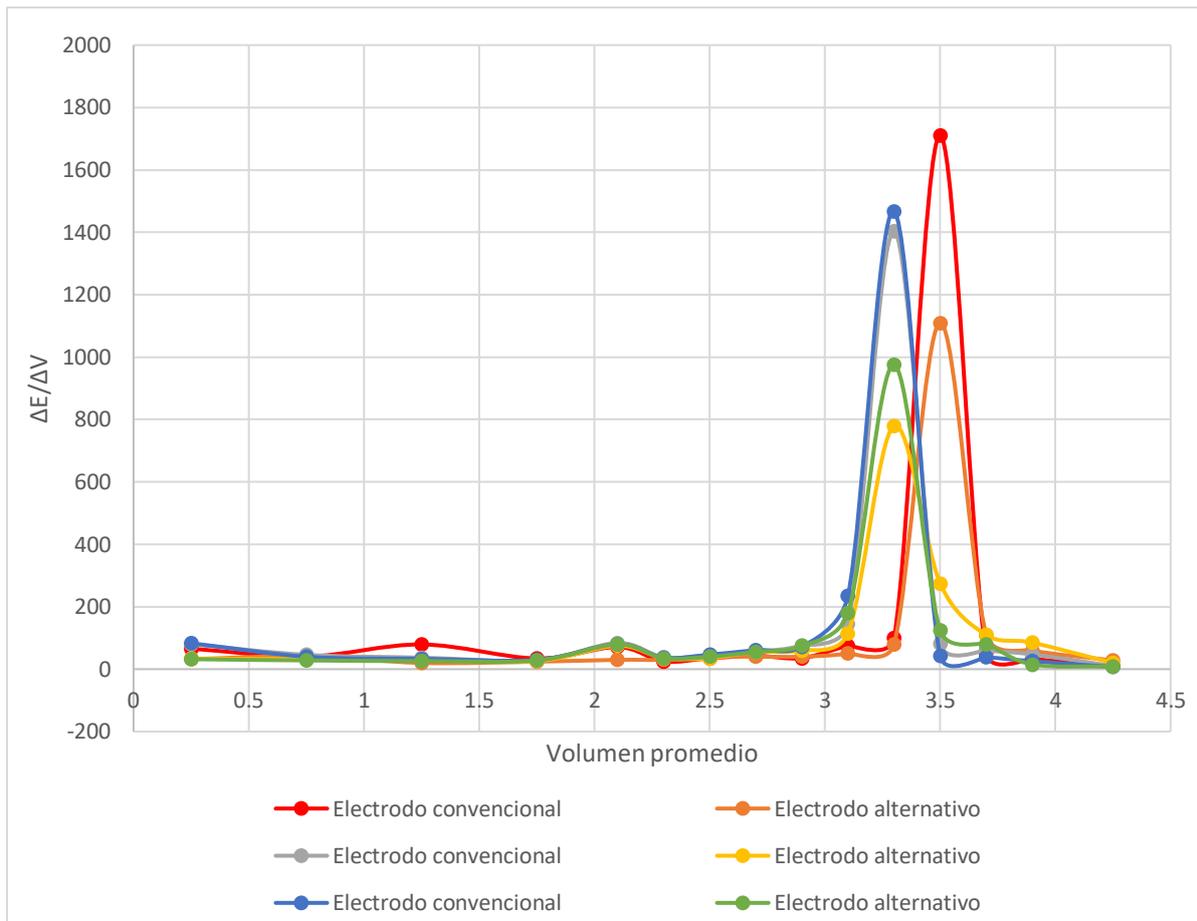
Volumen promedio	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$
0.25	164.8	144.8	152	64	64	72
0.75	80	59.8	56.6	44	38	34
1.25	51.6	36.2	40	34	34	24
1.75	29.6	9.6	23.8	28	32	28
2.1	22	20	30	30	5	30
2.3	4.5	20	25	20	35	30
2.5	43.5	10	15	45	40	45
2.7	10	5	35	30	30	50
2.9	20	10	15	60	65	60
3.1	20	25	15	60	50	95
3.3	15	25	5	75	110	5
3.5	<b>315</b>	<b>210</b>	<b>250</b>	<b>1145</b>	<b>1245</b>	<b>1130</b>
3.7	75	80	50	195	75	215
3.9	55	70	100	80	65	95
4.25	32	28	16	42	28	12
4.75	34	72	54	36	18	34



**Gráfica 13 equipo 2.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

**Tabla 14 equipo 3.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

Volumen promedio	Electrodo convencional			Electrodo alternativo		
		$\Delta E/\Delta V$		$\Delta E/\Delta V$		
0.25	65.8	80	83.2	32	34	32
0.75	40.4	46	40	42	32	28
1.25	79.2	37	33.2	20	28	26
1.75	34.2	28.4	30	24	26	28
2.1	71	84	80	30	75	80
2.3	25	38	37	30	35	35
2.5	35	44.5	46.5	40	35	40
2.7	43	56	61	40	55	55
2.9	35.5	76	72.5	40	60	75
3.1	75	144.5	235	50	115	180
3.3	100.5	<b>1403.5</b>	<b>1467.5</b>	80	<b>780</b>	<b>975</b>
3.5	<b>1711</b>	82	42.5	<b>1110</b>	275	125
3.7	52.5	60.5	38	110	110	80
3.9	33	47.5	25.5	60	85	15
4.25	9.2	10	7.2	28	20	8



**Grafica 14 equipo 3.** Primera derivada de la valoración de sulfato ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N seguida simultáneamente con un electrodo convencional y un microelectrodo alternativo.

## 10. VOLUMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA

En los gráficos 12, 13 y 14 se muestran los puntos de equivalencia teniendo como resultado el punto más alto de cada curva graficada, por lo que ese punto corresponde a la primera derivada para cada valoración, de cada uno de los electrodos, dando como lo resultado la tabla 15:

Equipo	Tabla 15. Volúmenes de punto de equivalencia obtenidos		
	Número de valoración	Volumen de punto de equivalencia en mL	
		Electrodo alternativo	Electrodo convencional
		$\Delta E/\Delta V$	$\Delta E/\Delta V$
1	1	3.5	3.55
	2	3.7	3.77
	3	3.5	3.5
	Promedio	<b>3.56</b>	<b>3.56</b>
2	4	3.5	3.5
	5	3.5	3.5
	6	3.5	3.5
	Promedio	<b>3.5</b>	<b>3.5</b>
3	7	3.5	3.5
	8	3.3	3.3
	9	3.3	3.3
	Promedio	<b>3.36</b>	<b>3.36</b>

## 11. CALCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE LA SOLUCIÓN VALORADA

De acuerdo con la tabla 15, los volúmenes de punto de equivalencia promedio se obtuvieron para cada microelectrodo los cuales son para el equipo 1: 3.56 mL, para el equipo 2: 3.5 mL y para el equipo 3 es 3.36 mL, tomando en cuenta el volumen de la alícuota es de 5 mL y la concentración del titulante es de 0.2 N, por lo tanto la concentración del sulfato ferroso amoniacal se calcula de esta manera:

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

Donde:

$N_1$  = concentración del cloruro ferroso

$V_1$  = volumen de la alícuota

$N_2$  = concentración del dicromato de potasio

$V_2$  = volumen de punto de equivalencia del equipo 1

Despejando  $N_1$

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1}$$

Una vez despejado se sustituyen valores obteniendo la concentración del sulfato ferroso amoniacal:

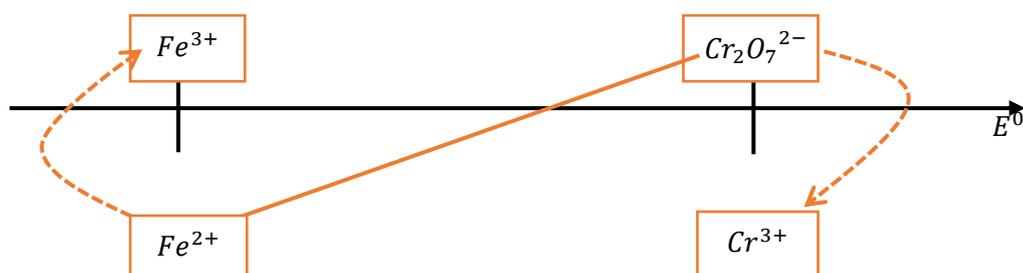
$$N_1 = \frac{(0.2N)(3.56 \text{ mL})}{5 \text{ mL}} = .1424N$$

Análogamente se hace lo mismo para los volúmenes de punto de equivalencia de los equipos 2 y 3 obteniendo la siguiente tabla:

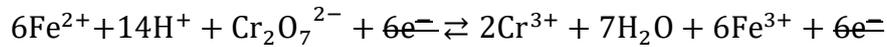
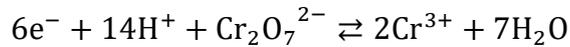
Equipo/Microelectrodo	Concentración N
1	0.1424
2	0.14
3	0.1344

Ahora bien, para conocer la reacción de valoración se obtienen de la literatura las semirreacciones de oxidación con su respectivo potencial para cada especie reaccionante.

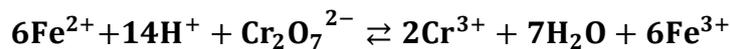
La reacción de valoración puede representarse en la siguiente escala



Por lo que los semi-equilibrios electroquímicos son:



La ecuación general de reacción que ocurre durante la valoración es la siguiente:



En la ecuación anterior se confirma que los protones forman parte de la reacción y por tanto influyen en la misma

Sabemos que los potenciales de cada par correspondiente vienen expresados por la ecuación de Nernst

$$E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = 0.77\text{v}$$

$$E = 0.77 + 0.06 \log \left( \frac{\text{Fe}^{3+}}{\text{Fe}^{2+}} \right)$$

$$E_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{3+}} = 1.33\text{v}$$

$$E = 1.33 + \frac{0.06}{6} \log \left( \frac{(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})(\text{H})^{14}}{(\text{Cr}^{3+})^2} \right)$$

Podemos igualar estos potenciales

$$E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = E_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{3+}}$$

$$0.77 + 0.06 \log \left( \frac{\text{Fe}^{3+}}{\text{Fe}^{2+}} \right) = 1.33 + \frac{0.06}{6} \log \left( \frac{(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})(\text{H})^{14}}{(\text{Cr}^{3+})^2} \right)$$

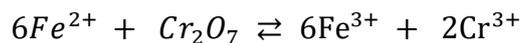
De manera que desarrollando matemáticamente esta ecuación podemos llegar a el valor de la constante de equilibrio de manera que:

$$K_r = 10^{\frac{6(1.33-0.77)}{0.06}}$$

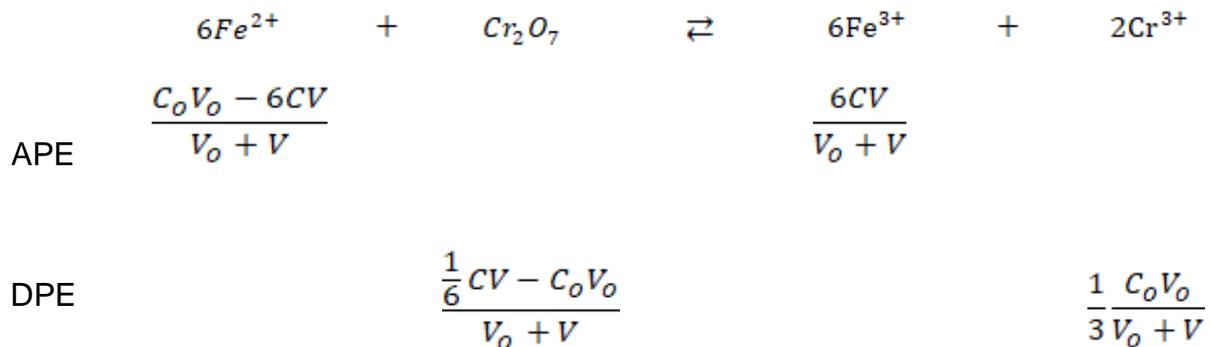
$$K_r = 10^{56}$$

# 12. CÁLCULO DE LOS POTENCIALES ESTANDAR EXPERIMENTALES.

Para este punto utilizaremos la regresión lineal de las curvas de los electrodos alternativos por lo que en la siguiente reacción expresamos las especies de interés:



Para el cálculo de los potenciales experimentales se utilizan 2 zonas, antes del punto de equivalencia y después del punto de equivalencia, de manera que utilizando tablas de variación de la concentración obtendremos la ecuaciones



correspondientes para obtener el potencial experimental.

$C_0 =$  Concentración de Fe II

$V_0 =$  Volumen de alícuota de Fe II

$C =$  Concentración de  $Cr_2O_7$

$V =$  Volumen de titulante de  $Cr_2O_7$

Antes del punto de equivalencia (APE) el potencial está dado por el estado de oxidación de Fe (II) por lo que la ecuación de Nernst queda de la siguiente manera:

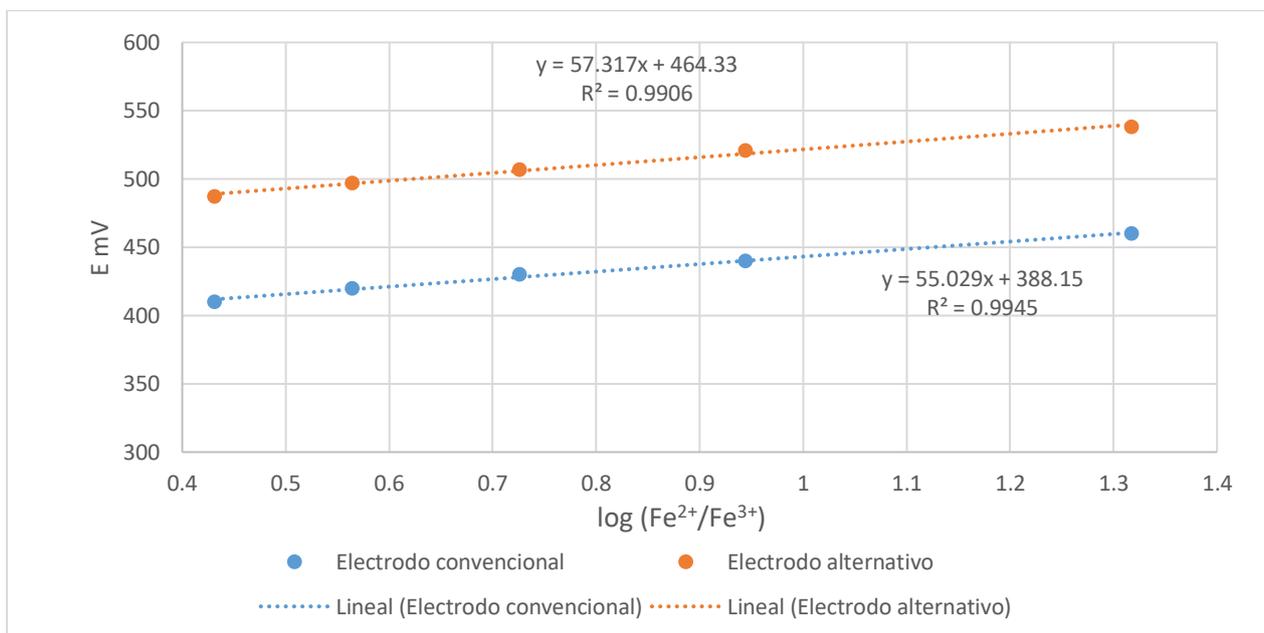
$$E = E^{\circ}_{Fe^{2+}/Fe^{3+}} + 0.06 * \log \frac{[Fe^{3+}]}{[Fe^{2+}]}$$

Esta ecuación se asemeja a la ecuación de la recta, si se sustituyen las concentraciones del oxidante y del reductor la ecuación queda de la siguiente manera:

$$E = E^{\circ\prime}_{Fe^{2+}} + 0.06 * \log \frac{\left(\frac{6CV}{V_o + V}\right)}{\left(\frac{C_oV_o - 6CV}{V_o + V}\right)}$$

$\uparrow$        $\uparrow$        $\uparrow$        $\uparrow$   
**Y = b + m      x**

Graficando en función de potencial de los puntos localizados antes del punto de equivalencia se obtiene los siguiente:



**Gráfica 15.** Cálculo del potencial experimental del Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>

De acuerdo a la ecuación anterior, la ordenada al origen corresponde al valor del  $E^{\circ\prime}_{Fe^{2+}/Fe^{3+}}$  experimental (en referencia al electrodo Ag/AgCl).

Las ecuaciones de la recta obtenidas son:

<b>Tabla 17.</b> Ecuaciones de la recta para cada electrodo.	
Electrodo convencional	$y = 55.029x + 388.15$
Electrodo alternativo	$y = 57.317x + 464.33$

Considerando que el potencial del electrodo de referencia es 0.198 V con respecto al EEH, puede hacerse el ajuste para comparar el valor experimental de  $E''_{Fe^{2+}/Fe^{3+}}$

**Tabla 18.** Comparación de los potenciales experimentales de cada electrodo con el reportado en la literatura.

Electrodo	$E''_{Fe^{2+}/Fe^{3+}}$		
	Experimental		Teórico
	con referencia al electrodo Ag/AgCl (V)	con referencia al EEH (V)	con referencia al EEH (V)
Electrodo convencional	0.38815	0.58615	0.579
Electrodo alternativo	0.46433	0.66233	

Para después del punto de equivalencia se hace exactamente lo mismo pero ahora el potencial esta dado por el  $Cr_2O_7/Cr^{3+}$

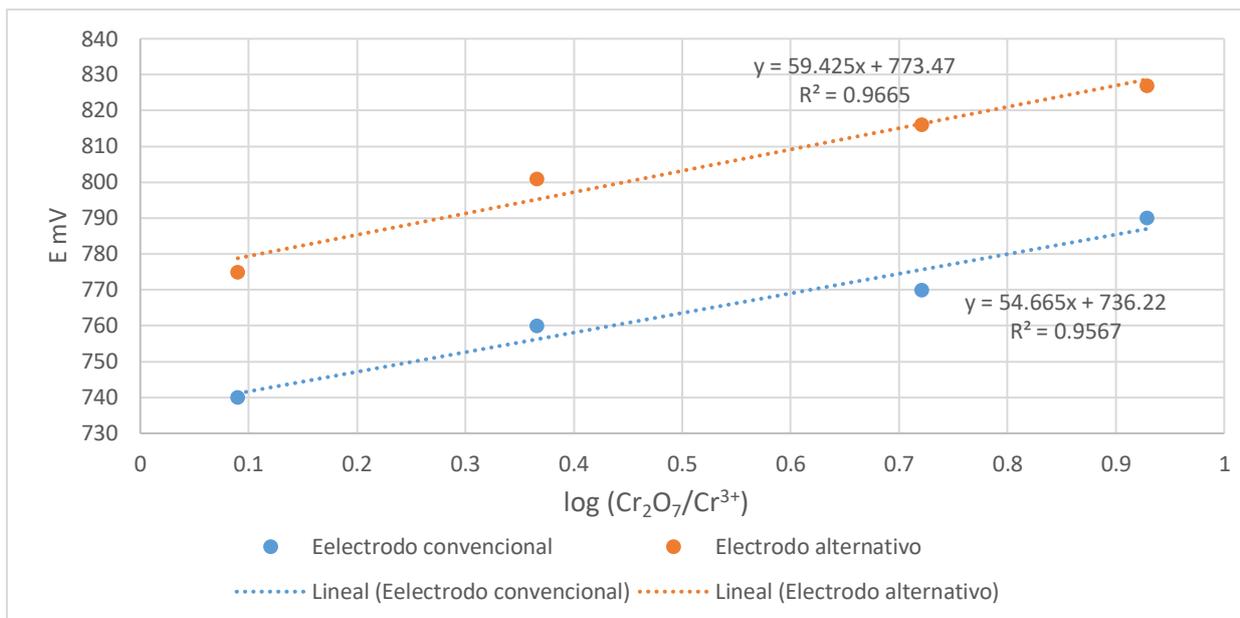
$$E = E''_{Cr_2O_7/Cr^{3+}} + 0.06 * \log \frac{[Cr_2O_7]}{[Cr^{3+}]^2}$$

Por lo que sustituyendo se obtiene lo siguiente:

$$E = E''_{Cr_2O_7/Cr^{3+}} + 0.06 * \log \frac{\left( \frac{CV - \frac{1}{6}C_0V_0}{V_0 + V} \right)}{\left( \frac{1}{3} \frac{C_0V_0}{V_0 + V} \right)^2}$$

$\uparrow$                      $\uparrow$                      $\uparrow$                      $\uparrow$   
**Y**                    **=**                    **b**                    **+**                    **m**                    **x**

Graficando en función de potencial de los puntos localizados antes del punto de equivalencia se obtiene los siguiente:



**Gráfica 16.** Cálculo del potencial experimental del Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>/Cr<sup>3+</sup>

De acuerdo a la ecuación anterior, la ordenada al origen corresponde al valor del  $E''_{Cr_2O_7/Cr^{3+}}$  experimental (en referencia al electrodo Ag/AgCl).

Las ecuaciones de la recta obtenidas son:

Electrodo convencional	$y = 59.425x + 773.47$
Electrodo alternativo	$y = 54.665x + 736.22$

Considerando que el potencial del electrodo de referencia es 0.198 V con respecto al EEH, puede hacerse el ajuste para comparar el valor experimental de  $E''_{Cr_2O_7/Cr^{3+}}$

Electrodo	$E''_{Cr_2O_7/Cr^{3+}}$		
	Experimental		Teórico calculado
	con referencia al electrodo Ag/AgCl (V)	con referencia al EEH (V)	con referencia al EEH (V)
Electrodo convencional	0.77347	0.97147	1.33
Electrodo alternativo	0.73622	0.93422	

# 13. ANÁLISIS ESTADÍSTICO

La *t* de Student se usa para comparar resultados de diferentes experimentos, en este caso, se utilizó para comparar los datos obtenidos de las valoraciones realizadas en la actividad docente, con el electrodo convencional y el microelectrodo alternativo.

Para calcular el valor de *t* de Student experimental para dos conjuntos de datos, es necesario realizar cálculos previos, descritos a continuación:

## 13.1 Comparación de Medias.

El cálculo de la media o promedio de los datos obtenidos se realiza mediante la siguiente ecuación:

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n}$$

## 13.2 Comparación de Mediciones Repetidas.

Para los dos conjuntos de datos se calcula un valor de *t* a través de la siguiente ecuación:

$$t_{calculada} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{S_{combinada}} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

En donde:

$$t_{calculada} = t \text{ de Student calculada}$$

$$\bar{x}_1 = \text{Promedio de datos de la serie 1}$$

$$\bar{x}_2 = \text{Promedio de datos de la serie 2}$$

$$S_{combinada} = \text{Desviación estándar combinada}$$

$$n_1 = \text{Número de datos de la serie 1}$$

$$n_2 = \text{Número de datos de la serie 2}$$

La desviación estándar combinada se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$S_{combinada} = \sqrt{\frac{\sum_{serie\ 1} (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_{serie\ 2} (x_j - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

En donde:

$\bar{x}_1 = \text{Promedio de datos de la serie 1}$

$\bar{x}_2 = \text{Promedio de datos de la serie 2}$

$x_i = \text{Datos de la serie 1}$

$x_j = \text{Datos de la serie 2}$

$s_{combinada} = \text{Desviación estándar combinada}$

$n_1 = \text{Número de datos de la serie 1}$

$n_2 = \text{Número de datos de la serie 2}$

Tomando los valores de volumen de punto de equivalencia obtenidos por el equipo 1, registrados en la tabla 15, se hace el análisis estadístico para comparar si hay una diferencia significativa entre el electrodo convencional y el microelectrodo alternativo.

Aplicando las ecuaciones anteriores se obtiene lo siguiente:

$$s_{combinada} = \sqrt{\frac{((3.5 - 3.56)^2 + (3.7 + 3.56)^2 + (3.5 - 3.56)^2) + ((3.5 - 3.56)^2 + (3.7 + 3.56)^2 + (3.5 - 3.56)^2)}{(3 + 3) - 2}}$$

$$s_{combinada} = \sqrt{\frac{0.02667 + 0.02667}{4}}$$

$$s_{combinada} = 0.11547$$

$$t_{calculada} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_{combinada}} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

$$t_{calculada} = \frac{(3.56 - 3.56)}{0.11547} \sqrt{\frac{((3)(3))}{(3 + 3)}} = 0$$

Obteniendo los grados de libertad:

$$\text{grados de libertad} = nh - h$$

Donde:

$nh = \text{numero total de medidas}$

$h = \text{numero de muestras individuales}$

Tomando los resultados de la primera derivada del microelectrodo alternativo usado por el equipo 1 que se encuentran registrados en la tabla 12

$$\text{grados de libertad} = 16 - 1 = 15$$

Considerando un nivel de confianza del 95% y 15 grados de libertad:

$$T \text{ de tablas} = 2.131$$

Comparando el valor de t de Student obtenido con el valor de t de Student de tablas:  $0 < 2.131$

De acuerdo a esto, el valor de t calculado es menor que el valor de t de tablas, por lo tanto, **no hay diferencia significativa entre la respuesta del microelectrodo y la del electrodo convencional.**

# 14. CONCLUSIONES

Partiendo de un electrodo de platino marca Corning que se encuentran en deshuso o se encuentran rotos, se extrajo la placa de de platino, del mismo modo se realizó el mismo procedimiento con electrodos de vidrio rotos, se extrajo el alambre de Ag/AgCl, para así obtener microelectrodos combinados Pt//Ag/AgCl.

Con base a los resultados obtenidos durante la valoración de sulfato ferroso amoniacal 0.01 M con sulfato cérico 0.01 M , de cada etapa de elaboración de los microelectrodos alternativos, y con la actividad docente donde se siguió simultáneamente una valoración de cloruro ferroso 0.1 N con dicromato de potasio 0.2 N con los microelectrodos alternativos y electrodos convencionales, se concluye que los microelectrodos alternativos tienen una buena respuesta comparado con los electrodos convencionales, los tiempos de respuesta de ambos electrodos combinados son equivalentes lo que hace que los microelectrodos alternativos sean una alternativa para seguir valoraciones potenciométricas.

El análisis estadístico realizado determinó la confianza de los microelectrodos alternativos, ya que mediante la prueba t de student y a lo largo de las pruebas de elaboración y actividad docente se puede afirmar que los microelectrodos alternativos pueden ser un instrumento viable para realizar valoraciones y micro-valoraciones oxido-reducción seguidas potenciométricamente.

La importancia de este trabajo radica, en que los microelectrodos elaborados en este trabajo son una buena alternativa para los laboratorios de la sección de Química Analítica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, ya que pueden tomarse alícuotas más pequeñas, lo cual, repercute en el ahorro significativo de reactivos de grado analítico, esto también incluye la disminución de residuos tóxicos, lo cual es amigable para el medio ambiente.

# 15. BIBLIOGRAFÍA

1. Harris, D.C. (2001). Análisis Químico Cuantitativo. España: Reverté S.A.
2. Ibáñez J. G. (2000). La química en microescala en México: Hacia una panorámica general. Educación química.
3. Ayres. Gilbert. "Análisis Químico Cuantitativo" Oxford University Press. México. 2001.
4. Mayo D. M.; Pike R. M.; Butcher S. S. Microscale Organic Laboratory, John Wiley & Sons, New York, 1986.
5. Mono M., Szafran, Z. y Pike, R. M., The Philosophy of Green Chemistry as Applied to the Microscale Inorganic Chemistry Laboratory, Educ. quim., 11(1), 262-266, 2000.
6. Pérez, S. J. J; Rincón A. S. & Valencia A.Y.I. (2010). Ultramicrovaloración Potenciométrica de Sulfato Ferroso Amoniacal Con Tres Diferentes Oxidantes. Educación Química, 21(1), 70-77.
7. Pérez, S.J. de J., Rincón, A.S., Armenta, F.F. (2014). Elaboración y prueba de un electrodo para la cuantificación de cloruro de potasio y bromuro de potasio Tec. en Marcha.
8. Rincón, A. S. & Pérez, S. J. de J. (2003). Potenciometría con volúmenes a nivel microescala en educación. Revista de Educación Química
9. Skoog, D. (2001). Principios de Análisis Instrumental. España: McGraw-Hill.
10. Skoog, D., West, D., Holler, J. & Stanley, C.. (2005). Fundamentos de Química Analítica. México: Thomson.
11. Ringbom, Anders Johan. Formación de complejos en química analítica. Editorial Alhambra. Madrid, 1979.
12. Dean, J. A. (1999). Lange's Handbook of Chemistry. (15<sup>a</sup> ed.) New York: McGraw-Hill.

# ANEXOS

## Material y reactivos

<b>Tabla 21.</b> Material y equipo para las etapas de elaboración de los microelectrodos alternativos.	
3 tubos de vidrio pyrex de 7 mm	1 potenciometro marca orion
3 vasos de precipitados de 50 ml	1 electrodo convencional combinado
1 agitador magnético	2 matraz volumétricos de 250 ml
1 bureta de 10 ml	microespatula
3 vasos tequileros	2 microbarras magnéticas
1 soporte universal	1 balanza analítica
pinzas para bureta tipo mariposa	1 piseta
2 caimanes eléctricos	silicón
3 placas de platino extraídas de electrodos marca Corning	3 alambres de Ag/AgCl extraído de electrodo de vidrio rotos
15 cm de alambre de cobre del No. 12	pinza ponchadora con cuatro cavidades
pinzas de punta	1 aguja cortada del ojillo
1.5m de cable coaxial	cinta de aislar
3 conexiones tipo BCN	5 cm de hilo de algodón
resina epóxica	

<b>Tabla 22.</b> Reactivos utilizados			
Nombre	Peso molecular	Pureza	Marca
Sulfato ferroso amoniacal	392.14	99.88	J.T. Baker
Sulfato cérico	528.4	110.79	J.T. Baker
Cloruro de potasio (sal)	74.557	99.7	J.T. Baker

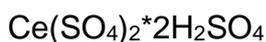
<b>Tabla 23.</b> Material y equipo para la prueba docente. (por equipo)	
3 vasos de precipitados de 50 ml	1 potenciómetro marca oakton
1 agitador magnético	1 electrodo convencional combinado
1 bureta de 10 ml	1 potenciómetro proporcionado por el laboratorio de Química Analítica II
3 vasos tequileros	2 matraz volumétricos de 250 ml
1 soporte universal	1 microespatula
pinzas para bureta tipo mariposa	2 microbarras magnéticas
1 microelectrodo alternativo	1 piseta

Tabla 24. Reactivos utilizados			
Nombre	Peso molecular	Pureza	Marca
Sulfato ferroso	278	99.88	J.T. Baker
Dicromato de potasio	192.21	99.6	Productos Químicos Monterrey
Solución saturada de Cloruro de potasio	74.557	99.7	J.T. Baker

**Cálculos para la preparación de las soluciones en las etapas de elaboración de los microelectrodos.**



$$0.25 \text{ L} \left| \frac{0.01 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \right| \left| \frac{392.14 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g}}{99.88 \text{ g}} \right| = 0.9815 \text{ g}$$

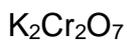


$$0.25 \text{ L} \left| \frac{0.01 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \right| \left| \frac{528.40 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g}}{110.79 \text{ g}} \right| = 1.1923 \text{ g}$$

**Cálculos para la preparación de las soluciones en la actividad docente.**



$$100 \text{ mL} \left| \frac{0.1 \text{ mol}}{1000 \text{ mL}} \right| \left| \frac{278 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g}}{99.828 \text{ g}} \right| = 2.783 \text{ g}$$



$$100 \text{ mL} \left| \frac{0.2 \text{ mol}}{1000 \text{ mL}} \right| \left| \frac{49.006 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \right| \left| \frac{100 \text{ g}}{99.5 \text{ g}} \right| = 0.986 \text{ g}$$

**Valores de la t de Student de tablas.**

Tabla 25. t de Student							
Grados de libertad	Nivel de confianza (%)						
	50	90	<b>95</b>	98	99	99.5	99.9
1	1	6.314	<b>12.706</b>	31.821	63.657	127.32	636.619
2	0.816	2.92	<b>4.303</b>	6.965	9.925	14.089	31.598
3	0.765	2.353	<b>3.182</b>	4.541	5.841	7.453	12.924
4	0.741	2.132	<b>2.776</b>	3.747	4.604	5.598	8.61
5	0.727	2.015	<b>2.571</b>	3.365	4.032	4.773	6.869
6	0.718	1.943	<b>2.447</b>	3.143	3.707	4.317	5.959
7	0.711	1.895	<b>2.365</b>	2.998	3.5	4.029	5.408
8	0.706	1.86	<b>2.306</b>	2.896	3.355	3.832	5.041
9	0.703	1.833	<b>2.262</b>	2.821	3.25	3.69	4.781
10	0.7	1.812	<b>2.228</b>	2.764	3.169	3.581	4.587
15	0.691	1.753	<b>2.131</b>	2.602	2.947	3.252	4.073
20	0.687	1.725	<b>2.086</b>	2.528	2.845	3.153	3.85
25	0.684	1.708	<b>2.06</b>	2.485	2.787	3.078	3.725
30	0.683	1.697	<b>2.042</b>	2.457	2.75	3.03	3.646
40	0.681	1.684	<b>2.021</b>	2.423	2.704	2.971	3.551
60	0.679	1.671	<b>2</b>	2.39	2.66	2.915	3.46
120	0.677	1.658	<b>1.98</b>	2.358	2.617	2.86	3.373
$\infty$	0.674	1.645	<b>1.96</b>	2.326	2.576	2.807	3.291

Diagramas de zonas de predominio.

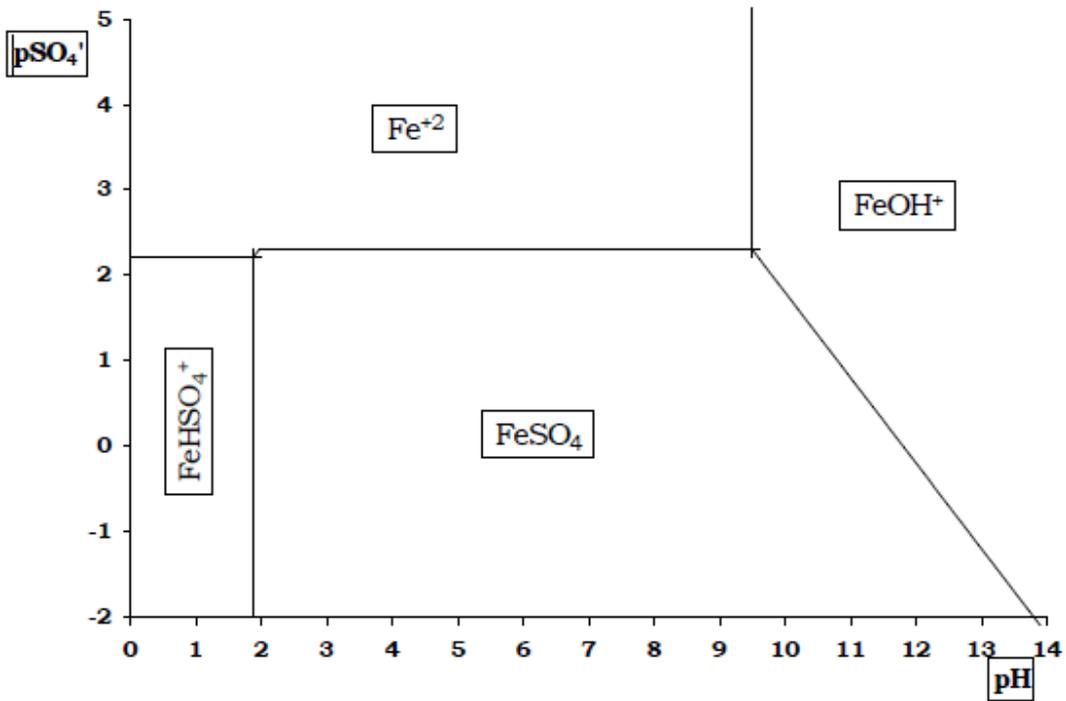


Figura 5. Diagrama de zonas de predominio para Fe II, pSO<sub>4</sub>= f (pH)

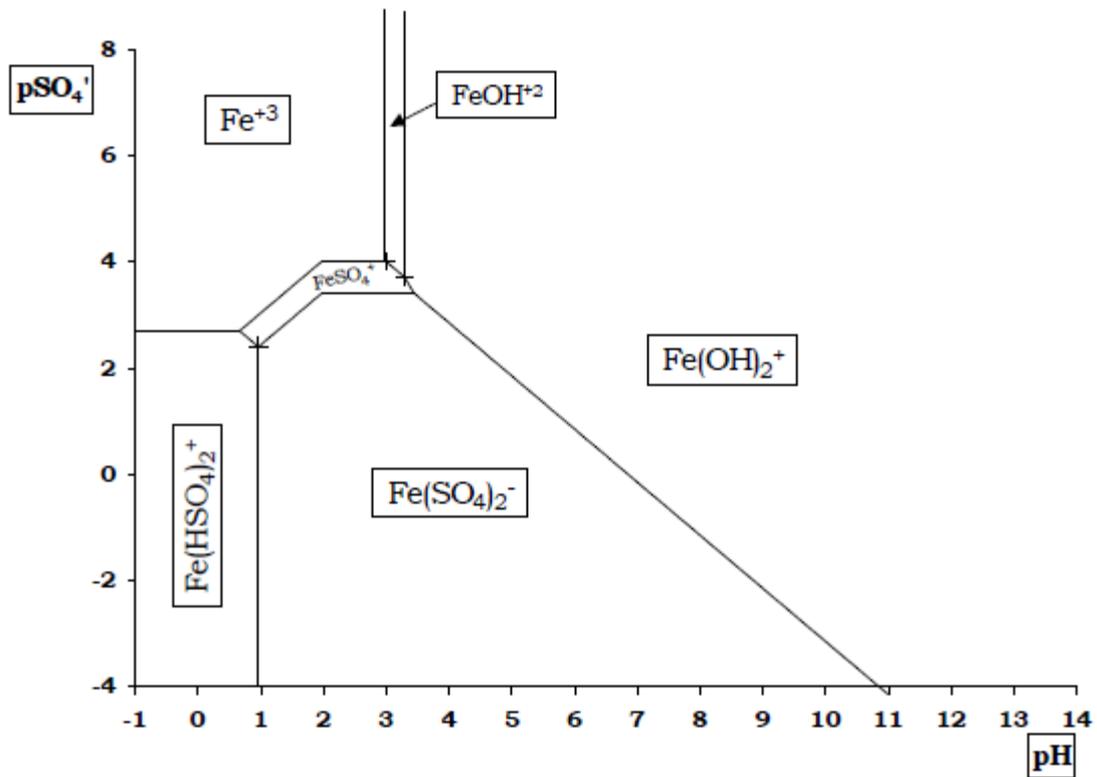
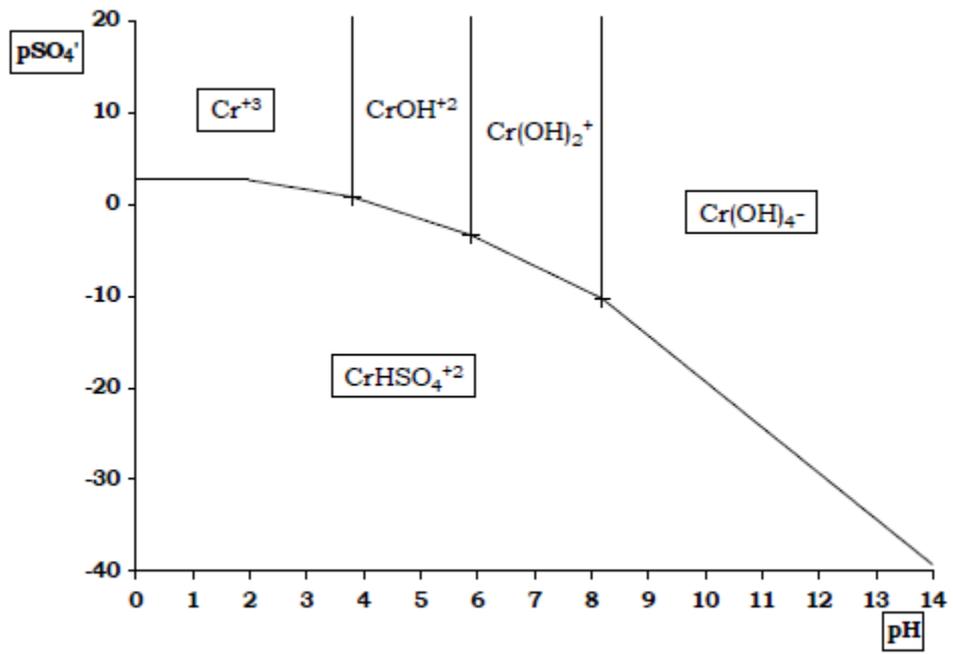


Figura 6. Diagrama de zonas de predominio para Fe III, pSO<sub>4</sub>= f (pH)



**Figura 7.** Diagrama de zonas de predominio para Cr III,  $pSO_4 = f(\text{pH})$