

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLÁN**

**MICROVALORACIONES ÁCIDO BASE, REDOX Y COMPLEJOMÉTRICAS
UTILIZANDO POTENCIÓMETROS Y MULTÍMETROS COMO SISTEMA DE
MEDICIÓN**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA:

ADA GABRIELA POHLENZ PÉREZ

ASEOR: M. EN C. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA

COASESORA : Q. SONIA RINCÓN ARCE



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.

DEDICATORIAS

A María de los Ángeles:

No tengo palabras para expresarte el infinito amor y agradecimiento que siento por ti; tu cariño, bondad, honestidad y tantas otras cosas maravillosas que tu posees han hecho de mí lo que soy hoy en día. Te amo.

A Alejandro:

Con todo el amor que soy capaz de sentir, siempre me has impulsado a alcanzar mis metas, gracias a ti aprendí lo que es ser una persona íntegra, honrada, pero sobre todo, junto con mi madre, me has enseñado a amar. Espero que te sientas tan orgulloso de mí como yo me siento de ti. Te amo.

A Gunter:

Amorcito mío, esperando que este logro en mi camino sea una motivación más en el tuyo, sabes que te amo con todas mis fuerzas. Gracias por haber llegado a mi vida.

A Karen:

Para mi muñeca hermosa, cariño mío, nunca dejes de luchar por tus sueños, sigue siempre así con esa infinita sonrisa que día a día me da un motivo más para salir adelante. Te amo como no tienes idea.

A Fausta y Zeferino:

Para dos de mis más grandes amores, por el amor puro e incondicional que me han brindado durante toda mi vida, siempre los llevo en mi mente y mi corazón anhelando día a día el volver a verlos. Solo Dios sabe cuanto los amo.

Agradecimientos

A la máxima casa de estudios, la Universidad Nacional Autónoma de México, es para mí un orgullo formar parte de aquellos que tenemos el privilegio de pertenecer a esta gran institución.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán por abrirme sus puertas e impulsar siempre mi desarrollo no solo profesional sino también humano.

A mis asesores José de Jesús Pérez Saavedra y Sonia Rincón Arce:

Por todo el apoyo y facilidades que me brindaron para el desarrollo de este trabajo pero sobre todo por su comprensión y amistad. Sin ustedes hoy no estaría aquí escribiendo estas líneas, son para mí un ejemplo. Con mucho respeto y cariño.

A mis amigos:

Brenda Alvarado, Gaby Ramírez, Dulce García, Enrique Reyes, Nereida Cárdenas, Sandra Guerrero, Jonathan Laguna, Miriam Cordero, Selene Villela, Gustavo Cadenas, Arianne López.

A todos ustedes les agradezco su amistad y el apoyo que me han brindado siempre que lo necesito, espero que sean muchísimos años más disfrutando de su compañía.

Un agradecimiento especial para José Francisco García....

Juntos iniciamos este proyecto llamado Ingeniería Química, siempre estuviste conmigo para levantarme cuando sentía que no podía más, gracias por todo tu apoyo y por todo lo demás que tu y yo sabemos, eres muy especial para mí.

A mis amigos IQ 34:

A Edgar (flow), Paco, Christopher, Adal, Victor (space), Oscar (aunque es IQ 36), Gaby y todos los IQ's 34 con los que conviví mucho durante la realización de este proyecto, gracias por hacer mi estancia más amena y sobre todo gracias por su amistad.

De manera especial quiero agradecer a Daniel....

Llegaste a mi vida en el momento que menos esperaba y poco a poco te has convertido en una persona muy importante y querida para mí, gracias por todo el apoyo que me brindaste para la realización de este proyecto, por escucharme y siempre impulsarme a terminar lo que comencé. Con muchísimo cariño.

A PAPIME:

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

Al señor Drauri Jiménez Celi:

Responsable del taller de vidrio de la FES-C Campo 1, por el apoyo brindado en el abastecimiento del material requerido para la realización de esta tesis.

INDICE

	Página
Introducción.....	1
Capítulo 1. Antecedentes.....	17
Capítulo 2. Objetivos.....	18
Capítulo 3. Procedimiento experimental.....	19
<i>3.1 Experimentación para las microvaloraciones Óxido – reducción, Complejos y Ácido – base utilizando un potenciómetro y un multímetro como sistema de medición.....</i>	<i>19</i>
<i>3.2 Experimentación para la validación de los métodos de microvaloración de sistemas óxido – reducción, ácido – base y complejos empleando un multímetro como sistema de medición.....</i>	<i>21</i>
Capítulo 4. Resultados y análisis de resultados.....	30
<i>4.1 Microvaloraciones Óxido – reducción, Complejos y Ácido – base utilizando un potenciómetro y un multímetro como sistema de medición.....</i>	<i>30</i>
a) Prueba de hipótesis nula.....	36
<i>4.2 Validación de los métodos de microvaloración de sistemas óxido – reducción, ácido – base y complejos utilizando multímetro como sistema de medición.....</i>	<i>42</i>
Conclusiones.....	73
Anexos.....	74
Bibliografía.....	185

MICROVALORACIONES ÁCIDO BASE, REDOX Y COMPLEJOMÉTRICAS UTILIZANDO POTENCIÓMETROS Y MULTÍMETROS COMO SISTEMA DE MEDICIÓN.

INTRODUCCIÓN

Los métodos analíticos son múltiples y muy diversos, cada uno de ellos tiene sus ventajas y desventajas, a continuación se hace un breve resumen de los más usuales utilizados en Química Analítica.

a) Voltametría

Las técnicas que conforman la Voltametría se basan en la relación que existe entre la corriente ocasionada por la transferencia de electrones sobre un electrodo y el voltaje aplicado al mismo.¹

Métodos Voltamétricos

- ❖ Polarografía: En este método se emplea como electrodo de trabajo un electrodo de mercurio, uno de calomelanos como electrodo de referencia y un electrodo auxiliar de Pt. Se mide el voltaje entre el electrodo de trabajo y el de referencia; la corriente se mide entre el electrodo de trabajo y el auxiliar. Después de estas mediciones, la gota de mercurio se desprende en automático del electrodo de mercurio. Luego se forma una nueva gota y se hace la siguiente medida. Un polarograma es una gráfica de la corriente contra potencial y muestra las oscilaciones de corriente correspondientes a las gotas de mercurio que caen desde el capilar. La altura de la onda polarográfica indicará cuánto analito hay en una muestra puesto que la corriente de difusión es proporcional a la concentración del analito.^{1,2}

Método	Ventajas	Desventajas
Polarografía	Es un método sensible. Buena respuesta con metales, iones y sustancias orgánicas.	El mercurio es tóxico para la salud de las personas y genera gran impacto ambiental.

Tabla1. Ventajas y desventajas de la Polarografía. (1,2)

b) Espectrofotetría:

La Espectrofotetría es el conjunto de procedimientos que utilizan la luz para medir concentraciones químicas; es decir, se mide la cantidad de energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda de la radiación, así mismo se realizan mediciones por separado a una longitud de onda determinada. Cada componente del sistema tiene un patrón de absorción de luz característico, de manera que comparando la longitud de onda y la intensidad del máximo de absorción de luz de una muestra versus soluciones standard, es posible determinar la identidad y la concentración de componentes disueltos en ella.³

La longitud de onda (λ) es la distancia recorrida por un ciclo completo, es decir, de cresta a cresta de la onda; la frecuencia es el número de oscilaciones completas que realiza la onda por segundo.

Es una de las técnicas experimentales más utilizadas para la detección específica de moléculas por su precisión, sensibilidad y su aplicabilidad a moléculas de distinta naturaleza (contaminantes, biomoléculas, etc) y estado de agregación (sólido, líquido, gas).

4

Un espectrómetro típico está compuesto básicamente por: una fuente de radiación que tiene intensidad constante en el rango de longitud de onda que cubre (usualmente es lámpara de tungsteno para luz visible, y deuterio para ultravioleta), un compartimiento para la muestra, un monocromador que separa la banda de longitud de onda deseada del resto del espectro y la dispersa al compartimiento de la muestra, un detector, que produce una señal eléctrica cuando recibe un fotón; es decir, mide cuantitativamente la radiación que pasa por la muestra y un registrador, el cual muestra un gráfico colocando el valor de λ en las abscisas y la absorbancia en ordenadas.^{1,4}

Tipos de Espectrofotometría

- Espectrofotometría de absorción: Se clasifica en
 - De absorción molecular VIS - UV: Hay un proceso de absorción de radiación por parte de las moléculas pasando a un estado excitado, posteriormente se produce la relajación con liberación de energía en forma de calor. Las moléculas que presentan este fenómeno son principalmente compuestos orgánicos con grupos no saturados, compuestos de coordinación de metales de transición y iones de metales de transición, de lantánidos y actínicos. Generalmente la absorción de estos compuestos se produce en varias λ o amplias bandas de absorción dando como resultado picos no bien definidos haciendo que la técnica sea poco selectiva en identificación de especies y más bien útil en análisis cuantitativo.

El instrumento utilizado en esta técnica es el espectrómetro visible – ultravioleta que permite trabajar con una gran cantidad de λ .

- De absorción molecular IR: Parte de la premisa de que todas las moléculas absorben en la zona IR del espectro, excepto algunas diatómicas de elevada simetría como el Cl_2 . Puesto que las bandas de adsorción son muy estrechas y corresponden a enlaces muy específicos, la técnica es ideal para identificar compuestos orgánicos o inorgánicos puros pero no es muy sensible, es decir, no es muy adecuada para cuantificar.

Los instrumentos más empleados son el espectrómetro de IR y los espectrómetros de transformada de Fourier.

- De absorción atómica con llama: Los átomos en la llama absorben radiación de determinadas λ (VIS y UV) por lo cual es muy específica para cada elemento. El instrumento empleado es el espectrofotómetro de absorción atómica (EAA), como fuente de radiación se usa una lámpara de cátodo hueco del mismo metal que se va analizar.

- Con atomizadores electrotérmicos: Esta técnica se emplea para determinar concentraciones de ppb de metales contaminantes como Pb y Cu, es muy sensible pues con una pequeña cantidad de muestra, que ha de ser calentada en un pequeño horno hasta 300 C, se obtiene gran cantidad de partículas atomizadas y por lo tanto una buena señal en comparación con la otras técnicas de llama. El instrumento utilizado se llama espectrofotómetro con horno de grafito. ⁴
- Espectrofotometría de emisión: Se clasifica en
 - De emisión atómica con llama: Se basa en la producción de una excitación atómica y una posterior emisión a la temperatura de la llama; es una técnica muy utilizada para la determinación de metales alcalinos y alcalinotérreos en concentraciones de ppm. El instrumento empleado es el espectrofotómetro de emisión atómica (EEA) el cual no tiene fuente de radiación.
 - De emisión atómica con plasma: Se emplea para la determinación de gran cantidad de elementos metálicos y algunos no metálicos con algo menos de sensibilidad que el horno de grafito pero con mayor precisión. En esta técnica se emplea una llama de temperatura lo bastante alta para transformar la mezcla al estado de plasma, obteniendo así una emisión muy intensa de los átomos. Se emplean diferentes aparatos para obtener el plasma en el mechero como son el DCP, plasma generado por una corriente continua, entre otros.
 - Espectrofotometría de fluorescencia molecular: Esta técnica es muy sensible pues parte del hecho de que algunas moléculas en el proceso de relajación, en un intervalo de tiempo pequeño posterior a la absorción, liberan parte de la energía en forma de calor y otra parte como radiación electromagnética, este fenómeno conocido como fluorescencia no lo presentan todas las moléculas, suele emplearse en cuantificación de moléculas orgánicas de alimentos, fármacos, productos clínicos y naturales. El instrumento más usado es el espectrofluorómetro
- Resonancia magnética nuclear: Se fundamenta en el hecho de que los núcleos atómicos tiene un movimiento de giro que cambia cuando absorben radiación

electromagnética. Este método proporciona información sobre los enlaces que tiene un átomo al obtener los espectros de los átomos de hidrógeno, además permite identificar el tipo de molécula que se estudia puesto que la adsorción depende de la configuración electrónica del núcleo y de las interacciones intramoleculares.

Los elementos químicos que se detectan por esta técnica son H, F, P, B, Cl, N por lo cual se emplea mucho para identificación de moléculas orgánicas. Al utilizar radiaciones de baja energía no ocasiona daño sobre los materiales estudiados.^{1,4}

Método	Ventajas	Desventajas
Espectrofotometría de absorción molecular VIS - UV	<p>Gran aplicabilidad ya que hay muchas especies absorbentes y posibilidad de formar complejos con los que no lo son.</p> <p>Elevada sensibilidad (concentraciones de hasta 10^{-5} M)</p> <p>Sistema no destructivo en medidas directas.</p>	<p>Interacciones cuando hay grupos que absorben a la misma λ.</p> <p>Selectividad media debido a interacciones por partículas que interfieran con el paso de la luz.</p> <p>Las disoluciones no deben tener sólidos en suspensión.</p>
Espectrofotometría de absorción molecular IR	Útil en identificación de compuestos orgánicos e inorgánicos.	Baja sensibilidad, no es adecuada para cuantificar.
Espectrofotometría de absorción y emisión atómica	Es una técnica muy selectiva.	<p>Permite determinar un número limitado de elementos químicos.</p> <p>Instalaciones e insumos de elevado costo.</p>

Espectrofotometría de fluorescencia molecular	Es una técnica muy selectiva ya que no todas las moléculas fluorescen. Gran aplicabilidad en la detección de moléculas orgánicas en alimentos, fármacos, productos químicos y naturales.	Permite determinar un número limitado de elementos químicos. Instalaciones e insumos de elevado costo.
Resonancia magnética nuclear	Proporciona información sobre los enlaces que tiene un átomo. No altera los materiales estudiados por lo cual puede emplearse en seres vivos y productos fácilmente alterables.	Permite identificar un número muy pequeño de elementos químicos. No permite la cuantificación de los elementos químicos.

Tabla 2. Ventajas y desventajas de la Espectrofotometría. (1,3,4)

c) Análisis volumétrico

Un análisis volumétrico es cualquier procedimiento basado en la medida del volumen de reactivo necesario para que reaccione con el analito.

En una valoración, al analito se le añaden incrementos de la disolución valorante por medio de una bureta u algún otro dispositivo volumétrico de medida hasta que la reacción entre ambos se completa. A partir de la cantidad de valorante gastada, se puede calcular la cantidad de analito que debía haber en la muestra, pues el punto de equivalencia es el punto en que la cantidad de valorante añadida es químicamente equivalente a dicha cantidad; sin embargo este es un resultado teórico pues lo que se mide en la realidad es el punto final que se observa por un brusco cambio de una propiedad física de la disolución, como puede ser (1) detectar un cambio brusco de voltaje o de corriente entre un par de electrodos, (2) observar un cambio de color del indicador y (3) seguimiento de la absorción de la luz. Un indicador es un compuesto con una propiedad física (normalmente color) que cambia bruscamente cerca del punto de equivalencia.

En el punto de equivalencia existe un error que prácticamente es inevitable y es posible estimarlo.

Los principales requisitos de una reacción útil para que sirva de base a una valoración es que tenga una constante de equilibrio grande y transcurra rápidamente, comúnmente este análisis se emplea en reacciones ácido – base, oxidación – reducción, formación de complejos y precipitación.

La validez de un resultado analítico depende en gran medida de las soluciones valorantes cuya concentración se conoce si fue preparada empleando como reactivo un patrón primario, el cual es suficientemente puro (99 % o más) para ser pesado y usado directamente, sin embargo no todas las soluciones valorantes pueden ser patrones primarios, en este caso se usa una disolución que tiene aproximadamente la concentración deseada y se valora con un patrón primario (solución estándar); a este proceso se le llama estandarización y por medio de ella se determina la concentración del valorante destinado a un análisis.¹

Clasificación de las técnicas de análisis volumétrico

- a) Valoración directa: El valorante se añade al analito hasta que la reacción se completa.
- b) Valoración por retroceso: Consiste en añadir al analito un exceso de un reactivo estándar, y se usa un segundo reactivo estándar para valorar el exceso del primer reactivo. Estas valoraciones se usan cuando el punto final de la valoración por retroceso es más claro que el de la valoración directa o cuando se necesita un exceso del primer reactivo para llevar a cabo por completo la reacción con el analito.¹

Método	Ventajas	Desventajas
Análisis volumétrico	Es un método sencillo y rápido. Costos bajos en relación a otros métodos como la espectrofotometría.	La determinación del punto de equivalencia depende de la apreciación del operador. Volúmenes grandes de análisis.

Tabla 3. Ventajas y desventajas del Análisis Volumétrico (1)

d) Cromatografía

En este método, los componentes de una muestra se distribuyen entre dos fases, una *móvil*, que puede ser un líquido o un gas, y una *estacionaria*, que puede ser un líquido o un sólido. La fase estacionaria es de gran área superficial y generalmente constituye el relleno de una columna, o bien, la columna misma. La fase móvil eluye a través o a lo largo de la estacionaria, cada uno de los componentes de la muestra tiene propiedades que los hacen interactuar de distinta manera entre ambas fases, así cada componente se retrasa en forma particular.^{5,6}

Tipos de Cromatografía.

La Cromatografía se divide en varias categorías en función del mecanismo de interacción del soluto con la fase estacionaria.

- Cromatografía de adsorción: Usa una fase estacionaria sólida y una fase móvil líquida o gaseosa. El soluto se adsorbe en la superficie de las partículas sólidas.
- Cromatografía de reparto: Utiliza una fase estacionaria líquida que forma una fina película sobre la superficie de un soporte sólido. El soluto está en equilibrio entre el líquido estacionario y la fase móvil.

- Cromatografía de exclusión molecular. También llamada cromatografía de filtración por gel o de permeación por gel, separa moléculas por su tamaño; las moléculas grandes pasan más rápidamente que las pequeñas.
- Cromatografía de afinidad: Es la cromatografía más selectiva. Emplea interacciones específicas entre una clase de moléculas de soluto y una segunda molécula que está unida covalentemente a la fase estacionaria.⁶

Un cromatograma es una representación gráfica de la respuesta del detector en función del tiempo de elusión. El tiempo de retención, (t_r) de un componente es el tiempo necesario después de la inyección de una mezcla en la columna hasta que ese componente llegue al detector; por otra parte el tiempo que tarda la especie no retenida en alcanzar el detector se denomina tiempo muerto (t_m) de manera que el tiempo de retención ajustado (t_r') de un soluto es el exceso de tiempo que necesita un soluto para atravesar toda la columna, respecto al que emplea un disolvente no retenido¹:

$$t_r' = t_r - t_m$$

Métodos Cromatográficos

- **En base a la naturaleza del soporte en el que se aloja la fase estacionaria:**

- Cromatografía plana:

1. **Cromatografía en papel:** Se caracteriza porque ambas fases, móvil y estacionaria están elaboradas de un papel con propiedades débiles de intercambio iónico y absorción (generalmente celulosa), de acuerdo a las propiedades del papel habrá una variación del índice de retención.

El equipo utilizado en este método consta de un soporte para el papel, un recipiente para el disolvente y una cámara, hermética para evitar la evaporación de los disolventes volátiles, en la cual se desarrolla el cromatograma.

- 2. Cromatografía en capa fina (TLC):** En este método el analito se coloca en la parte inferior de una placa seca (aluminio, plástico o vidrio) sobre la cual se encuentra una capa de partículas de algunos mm de espesor la cual constituye a la fase estacionaria. El disolvente se encargará de producir la separación, algunas muestras difíciles emplean más de un disolvente.

Este método ofrece la ventaja de analizar simultáneamente la muestra y el patrón, mientras que en la cromatografía en columna las muestras se analizan individualmente.

La identificación y cuantificación de los compuestos se realiza en base a las manchas en la placa pues cada una de estas se caracteriza por la distancia que recorre con relación a la distancia recorrida por la fase móvil. La detección y localización de las manchas en la placa se hace observando los cambios en la fluorescencia, o absorción en el U.V., de un indicador que se incorporó a la fase estacionaria.

- **Cromatografía en columna:** En este método la fase estacionaria se localiza dentro de una columna generalmente de vidrio cuyo diámetro oscila entre los 5 y 30 mm de diámetro a través de la cual se hace pasar a la fase móvil ya sea líquida o gaseosa. A partir de los datos del cromatograma se obtiene información tanto cualitativa como cuantitativa de la muestra

1.- Cromatografía de gases: En cromatografía de gases se hace pasar el analito en forma gaseosa a través de la columna, arrastrado por una fase móvil gaseosa, llamada gas portador. En *cromatografía gas – líquido de reparto*, la fase estacionaria es un líquido que recubre la pared interior de una columna o soporte sólido. En *cromatografía gas – sólido de adsorción*, el analito se adsorbe directamente sobre las partículas sólidas de la fase estacionaria.

El instrumento empleado es un cromatógrafo de gases en el cual la muestra de un líquido volátil o de un gas se inyecta, a través de un septo (un disco de goma), en un portador caliente, en el que se evapora rápidamente. El vapor es arrastrado a través de la columna por el gas portador, que puede ser He, N₂ o H₂, y los analitos después

de separados llegan al detector, cuya respuesta aparece en la pantalla de un ordenador o en un registrador.

2.- Cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC)

La Cromatografía de líquidos de alta eficacia se lleva a cabo haciendo pasar, mediante una bomba, un disolvente a alta presión a través de una columna que contiene partículas de fase estacionaria. Cuanto más pequeño es el tamaño de la partícula, más eficaz es la columna, pero mayor resistencia ofrece a la corriente. La fuerza del eluyente es una medida de la capacidad de un disolvente dado para eluir solutos de la columna.

En este método la fase móvil y estacionaria han de ser de polaridad opuesta, además todos los solutos han de ser solubles en la fase móvil (es decir, de polaridad similar); todo soluto que entre en la columna ha de salir de ella (propagación).

El cromatograma consta de una línea base la cual está función de las condiciones generales del sistema en ausencia de solutos, después se observan los picos cromatográficos caracterizados por un brusco incremento sobre la línea base, seguido de un descenso más o menos simétrico que enlaza con la continuación de la misma. La cromatografía cuantitativa se basa en una comparación de la altura o del área del pico de un analito con el de uno o más estándares. Ambos parámetros varían linealmente con la concentración. La cromatografía cualitativa se basa en la comparación de la posición de los picos (tiempos determinados de retención) con cromatogramas estándares.^{1,6}

Método	Ventajas	Desventajas
Cromatografía en capa fina	<p>Permite analizar simultáneamente la muestra y el patrón.</p> <p>Se puede usar en condiciones severas de aplicación.</p> <p>Alta eficiencia en identificación de compuestos.</p>	<p>Errores inherentes al equipo empleado en la cuantificación.</p> <p>Contaminación asociada a los disolventes empleados.</p>
Cromatografía en papel	<p>Utilidad en identificación de compuestos orgánicos, inorgánicos y bioquímicos.</p>	<p>Error en la saturación de la cámara.</p> <p>Contaminación asociada a los disolventes empleados.</p>
Cromatografía de gases	<p>Permite identificar y cuantificar los compuestos analizados.</p> <p>Permite separar mezclas orgánicas, compuestos organometálicos y sistemas bioquímicos.</p>	<p>Únicamente es aplicable para muestras cuyos componentes tengan diferente volatilidad.</p> <p>Instalaciones e insumos costosos.</p>
Cromatografía de líquidos de alta eficacia (HPLC)	<p>Permite identificar y cuantificar los compuestos analizados.</p> <p>Permite determinar compuestos no volátiles así como aminoácidos, proteínas, fármacos, hidrocarburos, ácidos nucleicos, plaguicidas y esteroides.</p>	<p>No se pueden analizar muestras con sólidos pues podrían atascar la columna.</p>

Tabla 3. Ventajas y desventajas de la Cromatografía. (1,5,6)

e) Potenciometría

Se conoce como potenciometría a la medición del potencial de una célula o pila galvánica empleando electrodos que responden selectivamente a ciertos analitos que se encuentran presentes en la celda, ya sea en disolución o en fase gaseosa. El analito es una especie electroactiva, es decir, que da o acepta electrones de un electrodo.

Uno de los electrodos, llamado *electrodo indicador* (porque responde directamente a la actividad (concentración) del ion que se va a determinar), será introducido en la disolución del analito, con lo cual se convierte éste en una semicélula. Esta semicélula se conecta por medio de un puente salino a una segunda semicélula de composición fija en la cual está sumergido otro electrodo, llamado *electrodo de referencia* (puesto que su potencial se conoce y es constante durante la medición). El voltaje de la célula es la diferencia de potencial variable que responde a la actividad del analito y al potencial constante del electrodo de referencia.

Un electrodo de referencia debe ser fácil de montar, proporcionar potenciales reproducibles y tener un potencial sin cambios con el paso de pequeñas corrientes. Dos electrodos comúnmente utilizados que satisfacen estos requisitos son el *Electrodo de Calomel* y el *Electrodo de Plata-Cloruro de Plata*.^{1,3}

Los métodos potenciométricos permiten analizar fácilmente la mayoría de las muestras líquidas y gaseosas con muy poca preparación, por su parte, las muestras sólidas se pueden analizar si es posible prepararlas en forma de solución; los sólidos orgánicos que no se disuelven fácilmente como alimentos, vegetales y productos farmacéuticos se deben calcinar primero, y luego extraer los iones empleando un solvente adecuado.

Existe un número limitado de iones para los cuales existe un electrodo selectivo, además para obtener un análisis cuantitativo preciso es necesario proporcionar una calibración frecuente a los electrodos.

El tiempo requerido para el análisis varía según el electrodo usado, el analito determinado y la concentración del mismo. Un electrodo de respuesta rápida, tal como el electrodo de pH, se puede calibrar y usar para determinar el pH de una muestra en 1 minuto o menos. Para electrodos de ion selectivos convencionales, los tiempos típicos de análisis de

muestras sin incluir el tiempo de calibración, varían de 5 a 60 segundos. Durante el análisis se debe tomar en cuenta la influencia de los electrolitos presentes en la muestra sobre el potencial de unión y la presencia de especies que pueden arruinar la superficie activa del electrodo.^{1,7}

Usos generales de la Potenciometría:

- ✓ Determinación cuantitativa selectiva de muchos iones inorgánicos y orgánicos en solución
- ✓ Determinación de iones en un estado de oxidación específico dentro de una muestra
- ✓ Determinación de constantes de estabilidad de complejos
- ✓ Determinación de velocidades y mecanismos de reacción
- ✓ Determinación cuantitativa de gases ácidos y básicos
- ✓ Determinación cuantitativa de productos de reacción enzimáticos⁷

Aplicaciones Comunes de la Potenciometría:

- ✓ Análisis de iones de procesos industriales batch o continuos
- ✓ Determinación de monitoreo continuo de la calidad de aire y gases contaminantes
- ✓ Determinación de electrolitos en fluidos fisiológicos para análisis clínicos
- ✓ Desarrollo de biosensores basados en enzimas inmovilizadas y electrodos
- ✓ Determinación de iones constituyentes en muestras de agricultura, medio ambiente y farmacia
- ✓ Determinación de pH
- ✓ Determinación del punto final en titulaciones ácido- base y redox⁷

Métodos potenciométricos.

- Potenciometría directa: En este método se lleva a cabo una sola medición del potencial de la celda para determinar la actividad de un ion sin alterar el equilibrio de la mezcla, por lo cual es muy útil para determinar la actividad de una especie en una mezcla que está en equilibrio.

La potenciometría directa es generalmente usada para determinar el pH de soluciones acuosas aunque también pueden analizarse otros iones, empleando electrodos selectivos de iones. Es un método rápido, no muy caro, fácil de automatizar y no destruye la muestra; sin embargo no proporciona información precisa sobre la concentración de la especie electroactiva pues en la conversión de la actividad a concentración intervienen diversos factores como el efecto de la composición global de la muestra.

- Titulación potenciométrica: En este método el analito se puede titular haciendo mediciones del potencial en función del volumen adicionado de titulante para determinar el punto final, el cual, es aquél donde ocurre un cambio relativamente grande de potencial. Se aplica a las reacciones ácido – base, redox, precipitación y formación de complejos, que son las reacciones adecuadas para el análisis volumétrico.

Al comienzo del análisis se agregan porciones grandes de la solución titulante; a medida que se aproxima el punto final, los incrementos se hacen más pequeños. Las titulaciones potenciométricas toman más tiempo que las titulaciones con indicador, sin embargo esto se ve compensado en la precisión de los datos obtenidos. Los datos proporcionados por las titulaciones potenciométricas son más precisos que los obtenidos con la misma técnica empleando indicadores.^{3,7}

Método	Ventajas	Desventajas
Potenciometría directa	Tiempos cortos de análisis. Facilidad de operación. Posibilidad de analizar muestras líquidas, gaseosas y sólidas.	Hay muchos iones para los cuales no existe un electrodo selectivo.
	Precisión en la detección del punto de equivalencia de una valoración. Facilidad de operación.	Aplicación en un número limitado de reacciones químicas. No todos los iones cuentan con electrodos selectivos a ellos.

<p>Titulación potenciométrica</p>	<p>Tiempo de análisis corto.</p> <p>Posibilidad de analizar muestras líquidas, gaseosas y sólidas</p> <p>Tempos cortos para la calibración del electrodo</p>	<p>Posibles influencia de los electrolitos presentes en la muestra sobre el potencial de unión.</p> <p>Costo elevado del equipo empleado como sistema indicador, potenciómetro.</p> <p>Hay muchos iones para los cuales no existe un electrodo selectivo.</p>
-----------------------------------	--	---

Tabla 4. Ventajas y desventajas de la Potenciometría (1,3,7)

Como se puede apreciar en las tablas 1, 2, 3 y 4, cada uno de los métodos analíticos descritos tiene sus ventajas y desventajas, particularmente, los métodos potenciométricos permiten la cuantificación de un analito de forma sencilla, rápida y precisa, esto, aunado a su diversidad de aplicaciones, versatilidad y bajo costo hacen de la titulación potenciométrica uno de los métodos más utilizados en la enseñanza de la Química Analítica; de ahí la importancia de minimizar los riesgos y la cantidad de desechos generados además de garantizar que el material, equipo e insumos necesarios estén siempre disponibles para todos los alumnos.

En el siguiente trabajo se presenta un estudio potenciométrico a nivel microescala (microvaloraciones) para equilibrios redox, ácido base y de complejación empleando un multímetro como sistema indicador de fin de valoración como una alternativa al uso del potenciómetro, para comprobar que no se pierde información con el multímetro se hace un análisis estadístico de “t” de Student de los datos obtenidos con ambos, potenciómetro y multímetro; asimismo, se desarrolla un análisis de validación del método multimétrico con el fin de cuantificar los parámetros bajo los cuales se desarrollara dicho método proporcionando así información para mejoras posteriores.

CAPITULO 1. ANTECEDENTES

En el año 2003, en la sección de Química Analítica de la FES Cuautitlán, se implementó la metodología para microvaloraciones potenciométricas descrita en un artículo publicado el mismo año (Potenciometría con volúmenes a nivel microescala en educación⁸) con la finalidad de disminuir costos y desechos en los laboratorios, inicialmente las actividades se desarrollaron con un grupo piloto siendo hoy en día una parte formal de la enseñanza en dichos laboratorios.

Asimismo, se han desarrollado 4 tesis, en las cuales las microvaloraciones potenciométricas, con volúmenes por valorar de 6 ml, se sustituyen por las ultramicrovaloraciones con volúmenes por valorar de 0.2 mL para los equilibrios químicos de ácido base (Pérez Ramírez 2008 y Valdez Paredes 2008⁹), de óxido reducción (Valencia Ahedo 2007¹⁰) y de precipitación de los iones Cl^- , I^- y CrO_4^{2-} con nitrato de plata (Escamilla Calderón, Lara Zamora 2010¹¹). En el presente trabajo se retoman las microvaloraciones potenciométricas para sistemas de óxido – reducción, ácido – base y complejos y se hace una comparación estadística de los resultados obtenidos con microvaloraciones utilizando como sistema indicador de fin de valoración un multímetro el cual proporciona resultados equivalentes a los obtenidos empleando el potenciómetro como sistema indicador de fin de valoración, teniendo además la ventaja de disminuir los costos de la instrumentación sin tener pérdida de información, pues el multímetro tiene un costo aproximado de quinientos pesos mientras que el precio de un potenciómetro oscila alrededor de los diez mil pesos.

CAPITULO 2. OBJETIVOS

I.- GENERAL

Realizar microvaloraciones ácido - base, complejométricas y redox utilizando como sistema indicador de fin de valoración un potenciómetro y un multímetro para comprobar que con el multímetro se obtienen resultados equivalentes a los obtenidos empleando el potenciómetro.

II.- PARTICULARES

- a) Proponer una metodología alternativa al uso del potenciómetro para microvaloraciones ácido - base, complejométricas y de óxido - reducción con la finalidad de reducir los costos del equipo sin perder información
- b) Comprobar que la microvaloración potenciométrica de las reacciones óxido - reducción, complejos y ácido - base, empleando un multímetro, es equivalente a la microvaloración potenciométrica empleando un potenciómetro mediante un análisis estadístico de los datos experimentales.
- c) Contribuir a la disminución de la contaminación ambiental mediante la implementación de una metodología experimental, microanálisis, que permita reducir la cantidad de residuos tóxicos generados en el laboratorio de Química Analítica.

CAPITULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

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

Los cálculos de preparación de todas las soluciones mencionadas en este trabajo están contenidos en el Anexo 2; los reactivos utilizados fueron grado analítico, estandarizados de acuerdo a la literatura (Anexo 3).

3.1 Experimentación para las microvaloraciones Óxido – reducción, Complejos y Ácido – base utilizando un potenciómetro y un multímetro como sistema de medición.

PARTE A.

I.- OXIDO REDUCCIÓN

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, quince alícuotas de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.0988 N), preparado en H₂SO₄ al 5 %; cada una de las alícuotas se titularon con dicromato de potasio (0.0999 N), el cual fue utilizado como estándar primario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 200 μ L de titulante, reduciendo el intervalo a 40 μ L cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el potenciómetro Oakton.

II.- COMPLEJOS

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 5 alícuotas de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) las cuales se titularon con EDTA (0.0100 N), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante, reduciendo el intervalo a 50 μ L

cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el potenciómetro Oakton.

III. ÁCIDO - BASE

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 15 alícuotas de 1 mL de ácido acético (0.0729 M), las cuales se titularon con hidróxido de Sodio (0.0972 M), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante, reduciendo el intervalo a 50 μ L cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el potenciómetro Oakton.

PARTE B

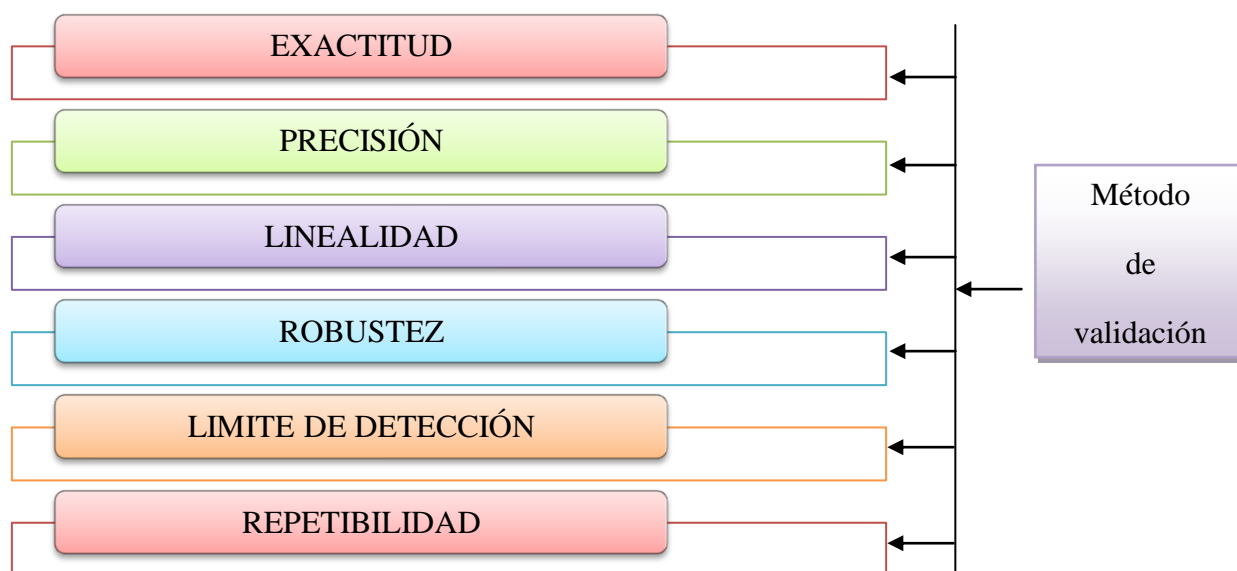
Se llevó a cabo el procedimiento experimental descrito en la parte A empleando el multímetro Radio Shack para tomar las lecturas de potencial en cada adición de titulante.

PARTE C

Los datos obtenidos se procesaron matemáticamente usando Excel, con dicho programa se obtuvieron las gráficas correspondientes de potencial (mV) contra volumen agregado de valorante. Así mismo, se procesó la información para obtener los datos y las gráficas correspondientes a la primera derivada, del potencial contra el volumen ajustado, lo cual permitió determinar analíticamente el volumen de punto de equivalencia para cada valoración de sulfato ferroso amoniacal. Este mismo procedimiento, se siguió, para las valoraciones de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso con EDTA y ácido acético con hidróxido de sodio.

3.2 Experimentación para la validación de los métodos de microvaloración de sistemas óxido – reducción, ácido – base y complejos empleando un multímetro como sistema de medición.

A continuación se presentan los parámetros analizados en la validación así como una descripción de cada uno de ellos:



Exactitud: El valor promedio de la serie representa el resultado de la valoración, la exactitud del método analítico es la cercanía de los resultados experimentales obtenidos (medidos) por el método al valor verdadero (teórico). La desviación relativa al valor verdadero expresa la exactitud del método.

Precisión: Es el grado de congruencia entre resultados de pruebas individuales cuando el método es aplicado repetidamente a muestreos múltiples de una muestra homogénea. El coeficiente de variación expresa la precisión del método.

Linealidad: Es la habilidad para producir resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito en muestras dentro de un rango dado. Al graficar el consumo de valorante frente al tamaño de muestra se puede determinar la linealidad del método realizando una regresión lineal de los datos, el valor de R^2 deberá ser mayor que 0.995.

Robustez: Es la medida de la capacidad para no ser afectado por pequeñas, pero deliberadas variaciones en los parámetros externos del método tales como diferentes días de análisis, diferentes operarios o variación de las condiciones ambientales del laboratorio. El coeficiente de variación obtenido deberá ser comparado con aquél obtenido en el análisis de la precisión del método, si no existe diferencia entre ellos el método será robusto.

Límite de detección: Es la cantidad más baja de analito en una muestra que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada. El límite de detección será la concentración más pequeña en la cual se presente un cambio de potencial significativo (apreciable) respecto a la adición de titulante que indique el punto de equivalencia.

Repetibilidad: Es la medida de la robustez haciendo el cambio deliberado de operario, el método será llevado a cabo por un segundo operario el cual lleva a cabo el procedimiento completo, desde preparación de los reactivos muestra hasta la valoración. El coeficiente de variación obtenido deberá ser comparado con aquél obtenido en el análisis de la precisión del método, si no existe diferencia entre ellos el método será repetible.

La exactitud, la precisión y la linealidad se calcularon a partir de una misma serie de valoraciones con la finalidad de ahorrar reactivos.^{14,15}

PARTE A

- **ÓXIDO – REDUCCIÓN**

I.- EXACTITUD, PRECISIÓN Y LINEALIDAD

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, tres alícuotas de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N), preparado en H₂SO₄ al 5 %; cada una de las alícuotas se titularon con dicromato de potasio (0.1009 N), el cual fue utilizado como estándar primario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 µL de titulante reduciendo el intervalo a 50 µL cercano al punto de equivalencia. Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para tres alícuotas de 2 mL, tres alícuotas de 3 ml y tres alícuotas de 4 ml de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) , preparado en H₂SO₄ al 5 %, las

titulaciones se comenzaron adicionando volúmenes de 200, 300 y 400 μL , respectivamente, reduciendo el intervalo a 50 μL cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

II.- ROBUSTEZ

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 5 alícuotas de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N), preparado en H_2SO_4 al 5 %; cada una de las alícuotas se titularon con dicromato de potasio (0.1009 N), el cual fue utilizado como estándar primario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μL de titulante, reduciendo el intervalo a 50 μL cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack 22-813.

El procedimiento anterior se repitió durante 4 días empleando la misma solución de sulfato ferroso amoniacal y la misma solución de dicromato de potasio que el primer día, con esto se analizó la robustez del método respecto al día de análisis.

III.- LÍMITE DE DETECCIÓN

Para determinar el límite de detección del método utilizado, se analizaron una solución 0.1000 N, una solución 0.0100 N y una solución 0.0010 N de sulfato ferroso amoniacal.

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 3 alícuotas de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1000 N), 3 alícuotas de 1 mL sulfato ferroso amoniacal (0.0100 N) y 3 alícuotas de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.0010N), preparados en H_2SO_4 al 5 %, cada una de las alícuotas se titularon con dicromato de potasio, el cual fue utilizado como estándar primario, (0.0999 N), (0.0099 N) y (0.0009 N), respectivamente; la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μL de titulante, reduciendo el intervalo a 50 μL cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para 4 y 5 alícuotas de 1 ml de las soluciones de sulfato ferroso amoniacal (0.1000 N), (0.0100 N) y (0.00100 N).

IV.- REPETIBILIDAD

Un operador secundario llevó a cabo el procedimiento descrito en la parte I (Exactitud, precisión y linealidad) empleando las mismas soluciones (sulfato ferroso amoniacal 0.1003 N, preparado en H₂SO₄ al 5 % y dicromato de potasio 0.1009 N) a fin de analizar la sensibilidad del método respecto al cambio de operador.

- **ÁCIDO - BASE**

I.- EXACTITUD, PRECISIÓN Y LINEALIDAD

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, tres alícuotas de 1 mL de ácido acético (0.1004 N), cada una de las alícuotas se titularon con hidróxido de sodio (0.1027 N), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 µL de titulante reduciendo el intervalo a 50 µL cercano al punto de equivalencia. Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para tres alícuotas de 2 mL, tres alícuotas de 3 ml y tres alícuotas de 4 ml de ácido acético (0.1004 N), las titulaciones se comenzaron adicionando volúmenes de 200, 300 y 400 mL, respectivamente, reduciendo el intervalo a 50 µL cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

II.- ROBUSTEZ

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 5 alícuotas de 1 mL de ácido acético (0.0913 N), cada una de las alícuotas se titularon con hidróxido de sodio (0.1027 N), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 µL de titulante reduciendo el intervalo a 50 µL cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

El procedimiento anterior se repitió 3 veces a distintas horas del día empleando la misma solución de sulfato ferroso amoniacal y la misma solución de dicromato de potasio. Durante cada valoración se midió la temperatura ambiental del laboratorio empleando un termómetro de bulbo de mercurio. Con esto se analizó la robustez del método respecto a la temperatura del laboratorio.

III.- LÍMITE DE DETECCIÓN

Para determinar el límite de detección del método utilizado, se analizaron una solución 0.0913 N, una solución 0.0091 N y una solución 0.0009 N de ácido acético.

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 3 alícuotas de 1 mL de ácido acético (0.0913 N), 3 alícuotas de 1 mL ácido acético (0.0091 N) y 3 alícuotas de 1 mL de ácido acético (0.0009 N), cada una de las alícuotas se titularon con hidróxido de sodio, el cual fue utilizado como estándar secundario, (0.1027 N), (0.0102 N) y (0.0010 N), respectivamente; la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante reduciendo el intervalo a 50 μ L cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para 4 y 5 alícuotas de 1 ml de las soluciones de ácido acético (0.0913 N), (0.0091 N) y (0.0009 N).

IV.- REPETIBILIDAD

Un segundo operador llevó a cabo el procedimiento descrito en la parte I. (Exactitud, precisión y linealidad), empleando las mismas soluciones (ácido acético 0.1004 N e hidróxido de sodio 0.1027 N) a fin de analizar la sensibilidad del método respecto al cambio de operador.

- **COMPLEJOS**

I.- EXACTITUD, PRECISIÓN Y LINEALIDAD

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, tres alícuotas de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), cada una de las alícuotas se titularon con EDTA (0.0100 N), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante reduciendo el intervalo a 50 μ L cercano al punto de equivalencia. Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para tres alícuotas de 2 mL, tres alícuotas de 3 ml y tres alícuotas de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), las titulaciones se comenzaron adicionando volúmenes de 200, 300 y 400 mL, respectivamente, reduciendo el intervalo a 50 μ L cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

II.- ROBUSTEZ

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 5 alícuotas de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), cada una de las alícuotas se titularon con EDTA (0.0100 N), el cual fue utilizado como estándar secundario, la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante, reduciendo el intervalo a 50 μ L cercano al punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

El procedimiento anterior se repitió 3 veces a distintas horas de día empleando la misma muestra comercial de sulfato férrico amoniacal y la misma solución de EDTA. Durante cada valoración se midió la temperatura ambiental del laboratorio empleando un termómetro de bulbo de mercurio. Con esto se analizó la robustez del método respecto a la temperatura del laboratorio.

III.- LÍMITE DE DETECCIÓN

Para determinar el límite de detección del método utilizado, se analizaron una solución 0.0097 N, una solución 0.001 N y una solución 0.0048 N de sulfato férrico amoniacal preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal.

Se tomaron, con una pipeta volumétrica, 3 alícuotas de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), 3 alícuotas de 1 mL sulfato férrico amoniacal (0.0048 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0005 N), y 3 alícuotas de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.001 N) preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0001 N), cada una de las alícuotas se titularon con EDTA, el cual fue utilizado como estándar secundario, (0.0100 N), (0.0050 N) y (0.0010 N), respectivamente; la titulación se comenzó adicionando volúmenes de 100 μ L de titulante reduciendo el intervalo a 50 μ L antes de llegar al punto de equivalencia; las adiciones de titulante se prolongaron hasta alcanzar y sobrepasar el volumen de punto de equivalencia. Para cada adición de titulante se tomó la lectura del potencial empleando el multímetro Radio Shack.

Posteriormente se repitió el procedimiento anterior para 4 y 5 alícuotas de 1 ml de las soluciones de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N), (0.0048 N) y (0.001 N).

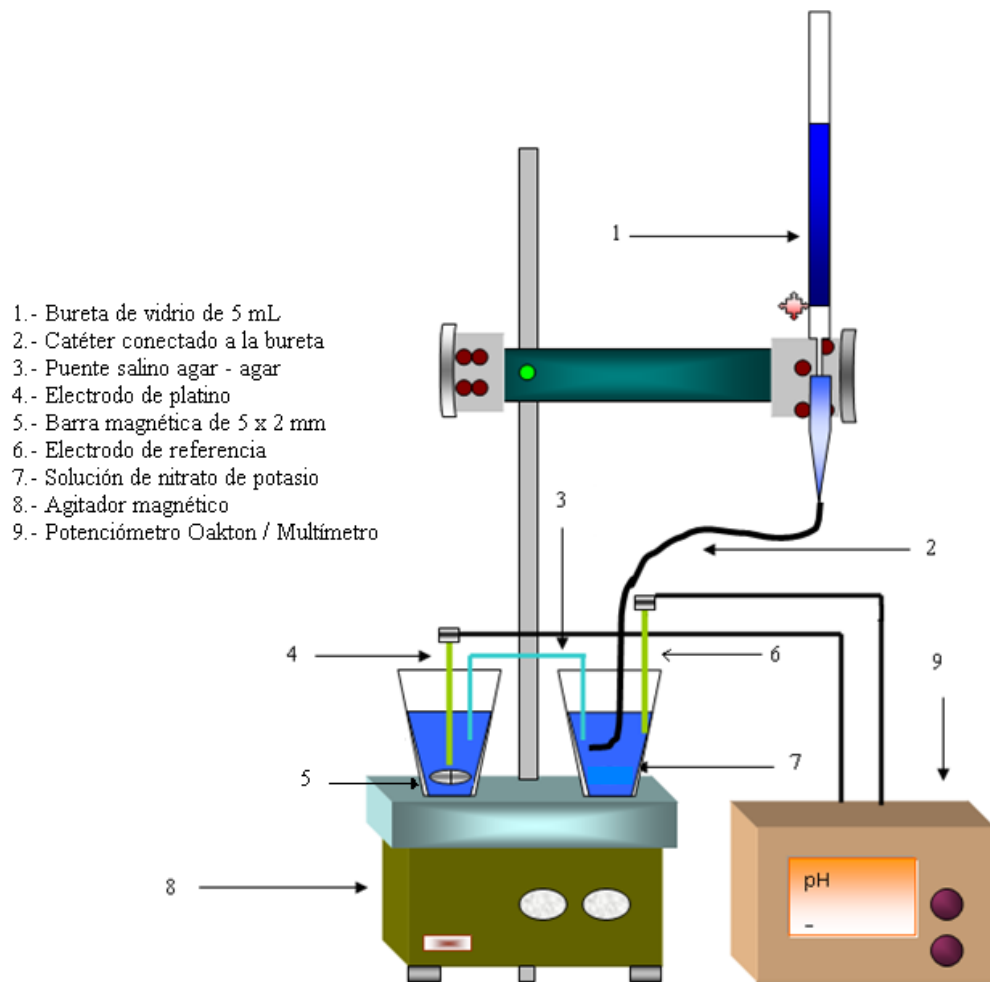
IV.- REPETIBILIDAD

Un segundo operador llevó a cabo el procedimiento descrito en la parte I. (Exactitud, precisión y linealidad), empleando las mismas soluciones (sulfato férrico amoniacal 0.0097 N preparado en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.001 N y EDTA 0.0100 N) a fin de analizar la sensibilidad del método utilizado respecto al cambio de operador.

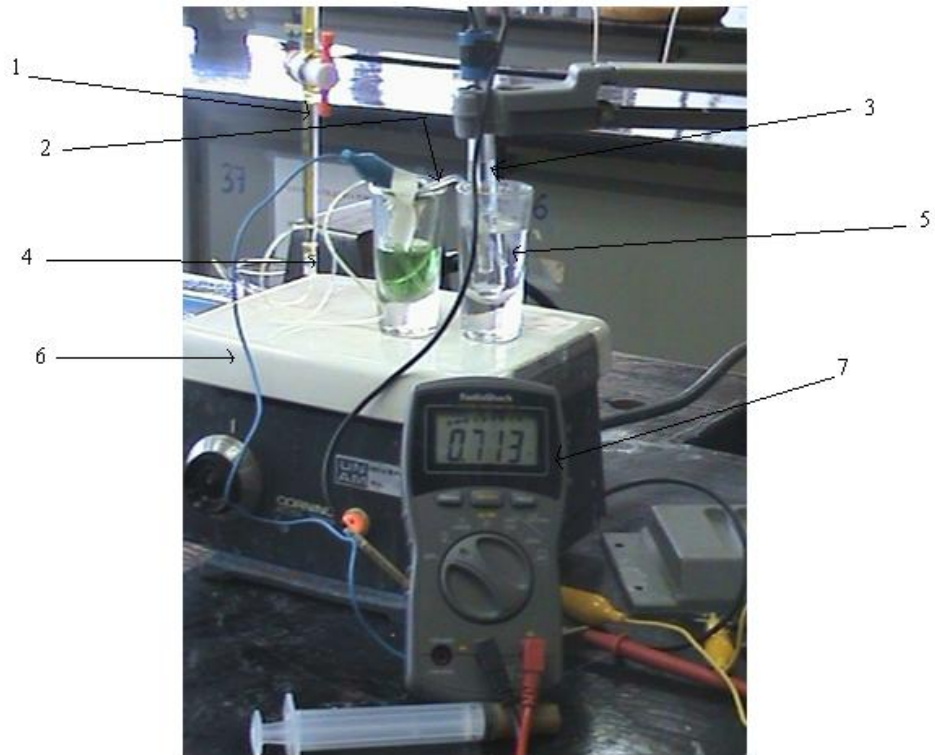
PARTE B

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

FIGURA I

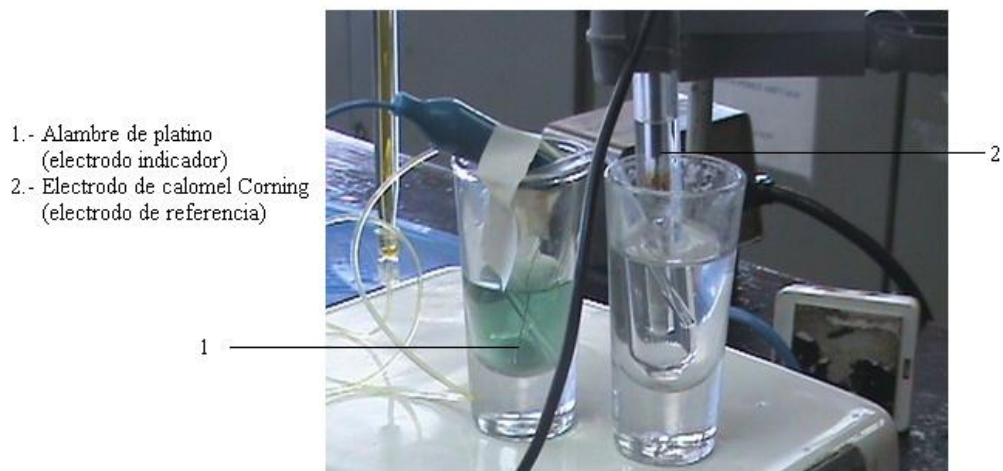


El electrodo de referencia convencional tiene un diámetro mayor (1.3cm) que el recipiente contenedor de la solución por valorar (1 cm.), esto hace necesario separarlo en un segundo recipiente que contiene nitrato de potasio 0.1 M se cierra el circuito con un puente de agar-agar.



- 1.- Bureta de 5mL
- 2.- Puente salino agar agar
- 3.- Electrodo de calomel marca Corning (electrodo de referencia)
- 4.- Catéter conectado a la bureta
- 5.- Solución de Nitrato de potasio
- 6.- Agitador magnético
- 7.- Multímetro Radio Shack 22 - 813

Figura 1.1 Montaje experimental empleando el multímetro RadioShack modelo 22-813.



- 1.- Alambre de platino (electrodo indicador)
- 2.- Electrodo de calomel Corning (electrodo de referencia)

Figura 1.2 Electrodo indicador y de referencia sumergidos. Unión con puente salino de agar - agar

CAPITULO 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 Microvaloraciones Óxido – reducción, Complejos y Ácido – base utilizando un potenciómetro y un multímetro como sistema de medición

I.- ÓXIDO - REDUCCIÓN

En las figuras II y III se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 15 valoraciones de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio, empleando potenciómetro y multímetro como sistemas de medición, respectivamente. En ambas gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la tabla 5 se presentan los volúmenes de punto de equivalencia promedio obtenidos para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio. En la tabla 6 se presentan los resultados de los miligramos recuperados, contra los miligramos esperados así como su error porcentual. En ambas tablas se presenta la información correspondiente para potenciómetro y multímetro.

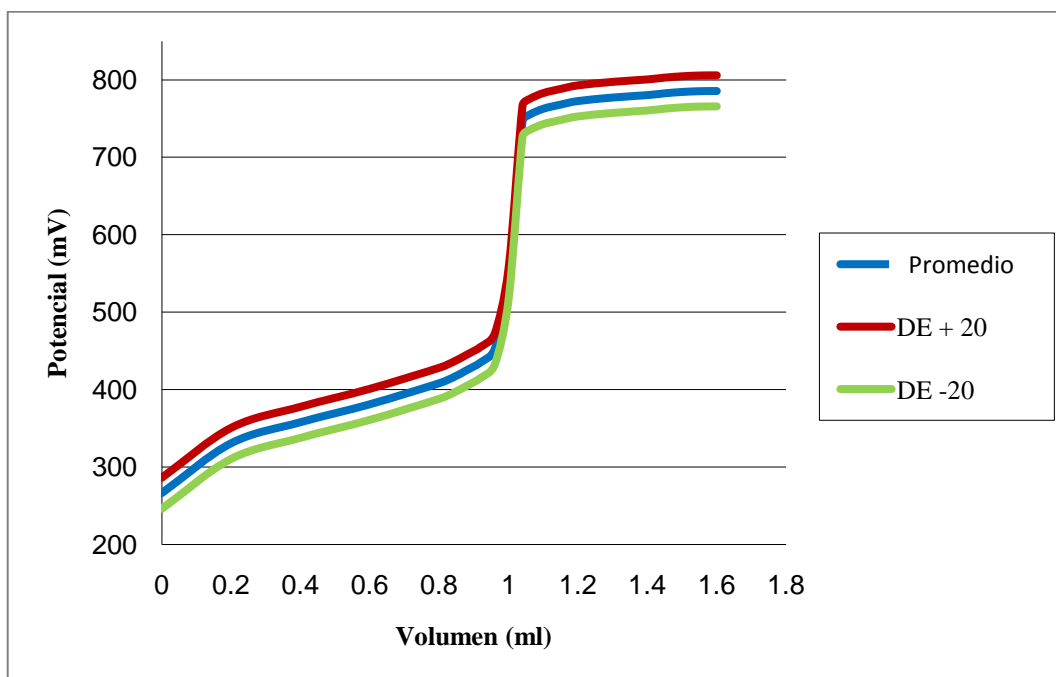


FIGURA II. Curva promedio de 15 valoraciones de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.0988 N) con dicromato de potasio (0.0999 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Potenciómetro.

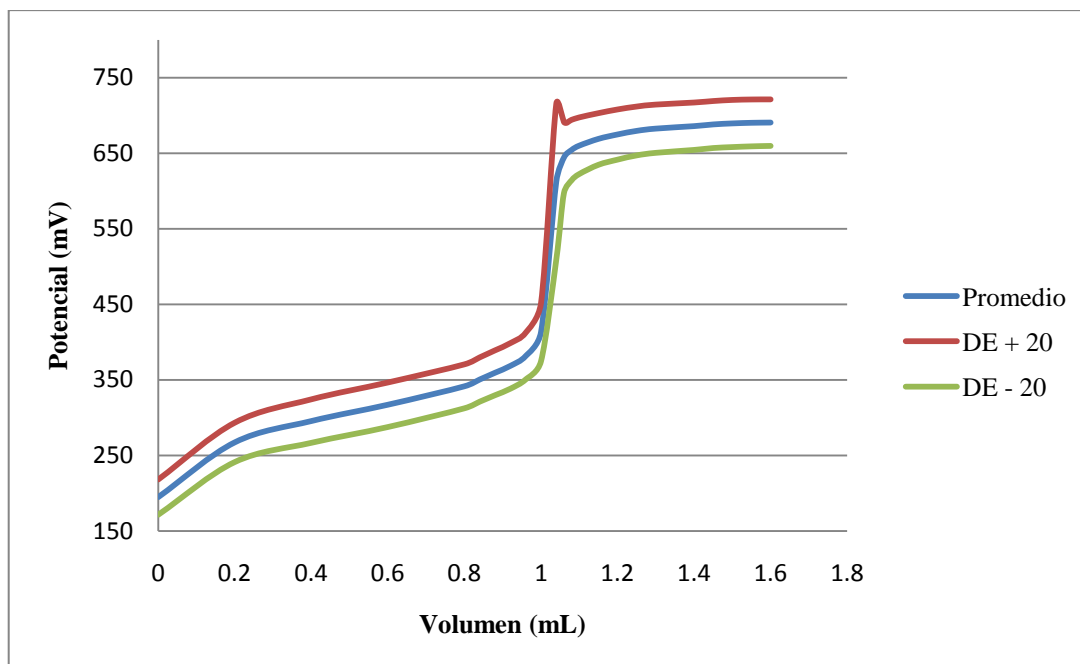


FIGURA III. Curva promedio de 15 valoraciones de sulfato ferroso amoniacal (0.0988 N) con dicromato de potasio (0.0999 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro

Tabla 5.-. Resultados de los Volúmenes del Punto de Equivalencia (VPE) de las valoraciones de 1 mL sulfato ferroso amoniacal 0.0988 N con dicromato de potasio 0.0999 N, empleando potenciómetro y multímetro.

Valoración	Volúmenes del punto de equivalencia promedio (mL)
Potenciómetro	0.9920
Multímetro	1.0050

Tabla 6. Resultados de los miligramos recuperados de las valoraciones de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal 0.0988 N con dicromato de potasio 0.0999 N contra los miligramos esperados y su error porcentual.

		1	2	3	4	5	6	7	8
Valoración	Volumen. Obtenido (mL)	Normalidad Experimental Obtenida $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado (mL)	mmoles Experimentales Obtenidos	mmoles Teóricos	Peso Molecular	mg Esperados	mg obtenidos	Error porcentual
Potenciómetro	0.9920	0.09914	1	0.09914	0.09889	392.158	38.7816	38.8770	0.2458
Multímetro	1.0050	0.10047	1	0.10047	0.09889	392.158	38.7816	39.4012	1.5977

II.- COMPLEJOS

En las figuras IV y V se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 5 valoraciones de 1 mL de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA, empleando potenciómetro y multímetro como sistemas de medición, respectivamente. En ambas gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la tabla 7 se presentan los volúmenes de punto de equivalencia promedio obtenidos para la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA. En la tabla 8 se presentan los resultados de los miligramos recuperados, contra los miligramos esperados así como su error porcentual. En ambas tablas se presenta la información correspondiente para potenciómetro y multímetro.

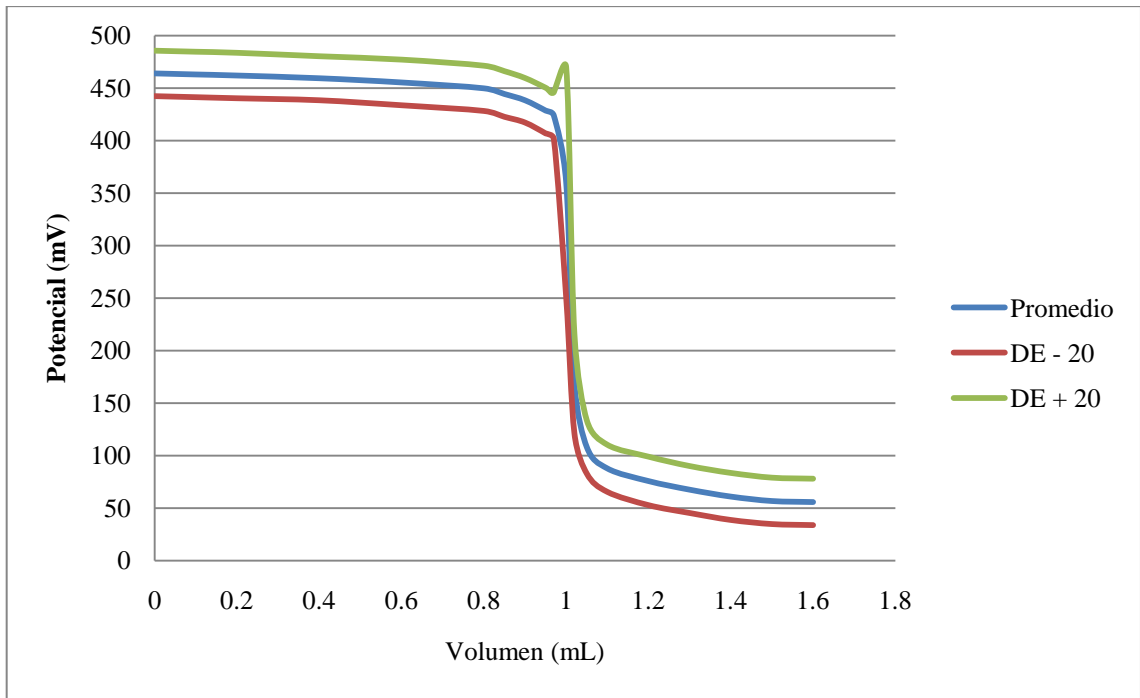


FIGURA IV. Valoración de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.010 N) y sus desviaciones estándar + 20 (DE+ 20) para cada volumen adicionado. Potenciómetro

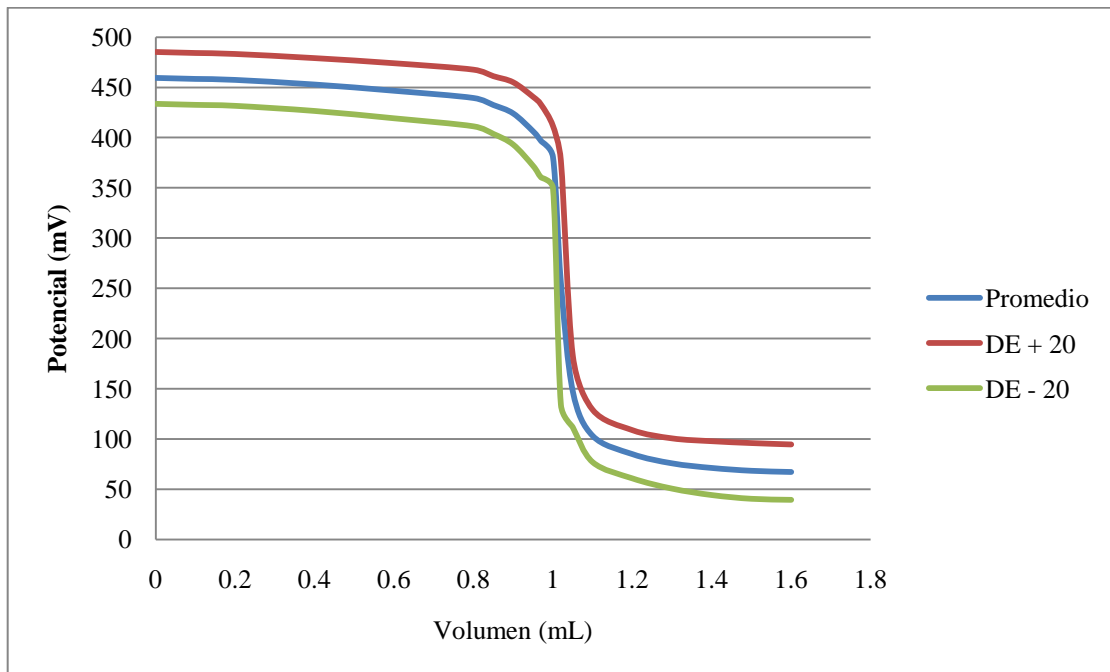


FIGURA V. Valoración de 1 ml de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.0100 N) y sus desviaciones estándar + 20 (DE + 20) para cada volumen adicionado. Multímetro

Tabla 7. Resultados de los Volúmenes del Punto de Equivalencia (VPE) de las valoraciones de 1 mL de sulfato férrico amoniacal 0.0097 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0010 N con EDTA 0.0100 N, empleando potenciómetro y multímetro.

Valoración	Volúmenes del punto de equivalencia promedio (mL)
Potenciómetro	0.994
Multímetro	1.004

Tabla 8.- Resultados de los miligramos recuperados de las valoraciones de 1 mL de sulfato férrico amoniacal 0.0097 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0010 N con EDTA 0.0100 N contra los miligramos esperados y su error porcentual

		1	2	3	4	5	6	7	8
Valoración	Volumen. Obtenido (mL)	Normalidad Experimental Obtenida $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado (mL)	mmoles Experimentales Obtenidos	mmoles Teóricos	Peso Molecular	mg Esperados	mg obtenidos	Error porcentual
Potenciómetro	0.994	0.00994	1	0.00994	0.0097	392.158	4.6881	4.7932	2.24
Multímetro	1.004	0.01004	1	0.01004	0.0097	392.158	4.6881	4.8414	3.26

III.- ÁCIDO - BASE

En las figuras VI y VII se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 15 valoraciones de 1 mL de ácido acético con hidróxido de sodio, empleando potenciómetro y multímetro como sistemas de medición, respectivamente. En ambas gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la tabla 9 se presentan los volúmenes de punto de equivalencia promedio obtenidos para la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio. En la tabla 10 se presentan los resultados de los miligramos recuperados, contra los miligramos esperados así como su error porcentual. En ambas tablas se presenta la información correspondiente para potenciómetro y multímetro.

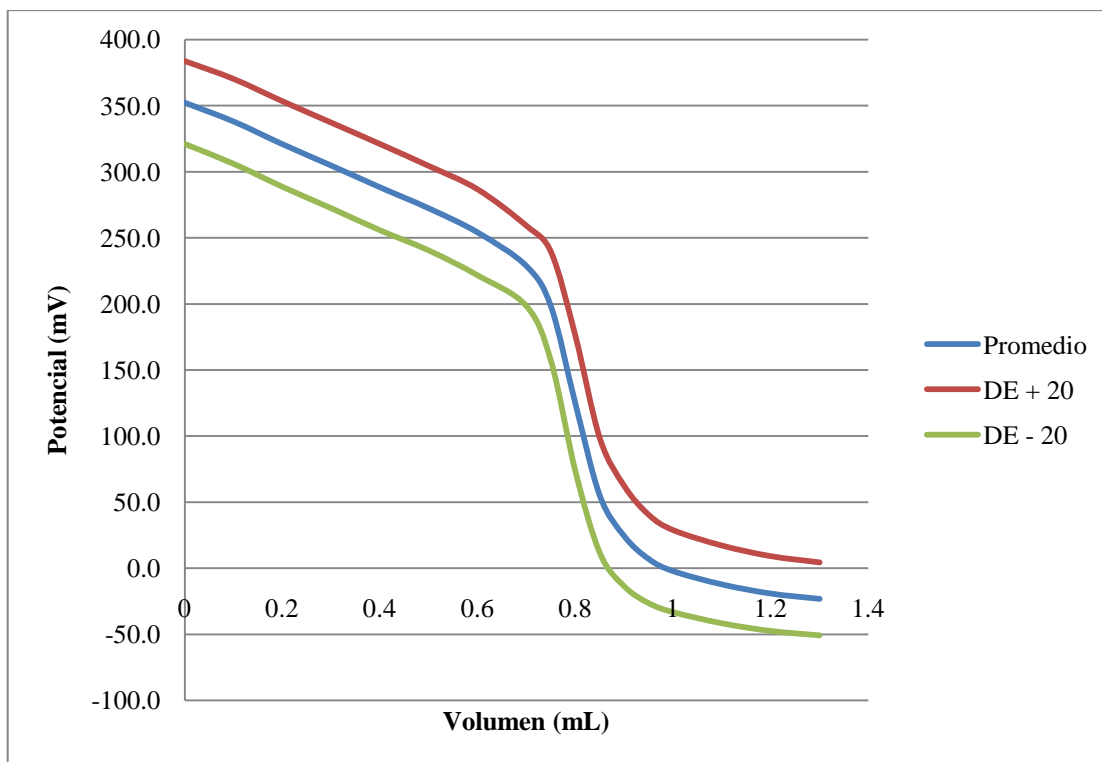


FIGURA VI. Curva promedio de 15 valoraciones de 1 ml de ácido acético (0.073 N) con hidróxido de sodio (0.097 N) y sus desviaciones estándar + 20 (DE + 20) para cada volumen adicionado. Potenciómetro.

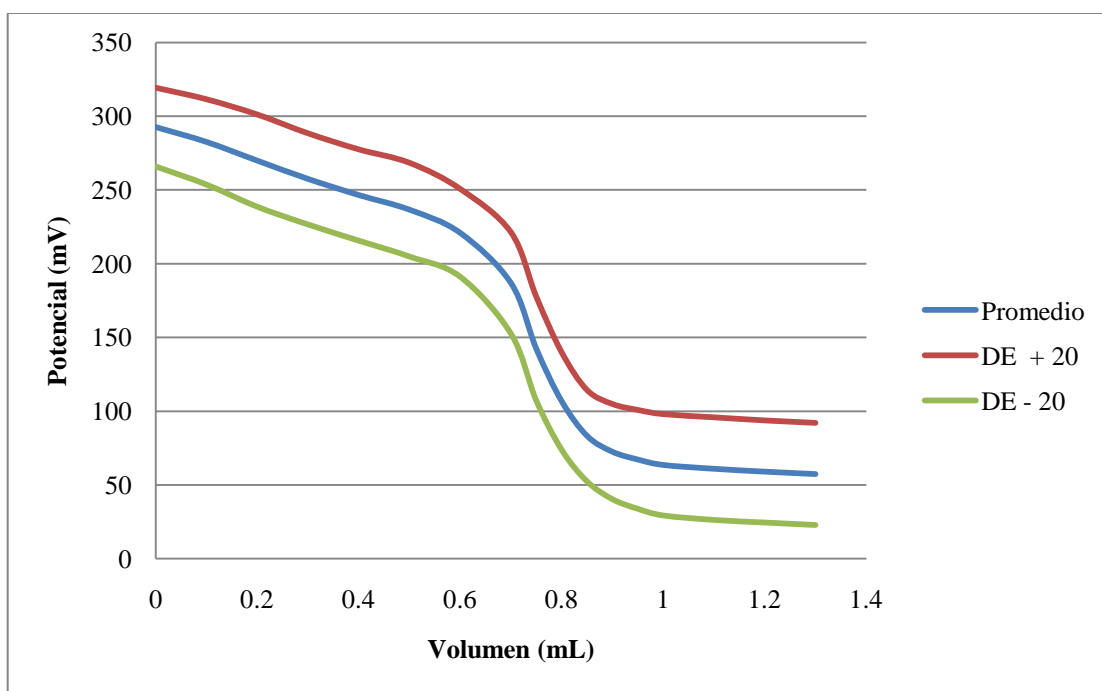


FIGURA VII. Curva promedio de 15 valoraciones de 1 ml de ácido acético (0.073 N) con hidróxido de sodio (0.097 N) y sus desviaciones estándar + 20 (DE + 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

Tabla 9.- Resultados de los Volúmenes del Punto de Equivalencia (VPE) de las valoraciones de 1 mL de ácido acético 0.073 N con hidróxido de sodio 0.097 N, empleando potenciómetro y multímetro.

Valoración	Volúmenes del punto de equivalencia promedio (mL)
Potenciómetro	0.77
Multímetro	0.72

Tabla 10.- Resultados de los miligramos recuperados de las valoraciones de 1 mL ácido acético 0.073 con hidróxido de sodio 0.097 N contra los miligramos esperados y su error porcentual.

		1	2	3	4	5	6	7	8
Valoración	Volumen. Obtenido (mL)	Normalidad Experimental Obtenida $N_1V_1=N_2V_2$	Volumen Valorado (mL)	Mmoles Experimentales Obtenidos	Mmoles Teóricos	Peso Molecular	mg Esperados	mg obtenidos	Error porcentual
Potenciómetro	0.7733	0.07518	1	0.07518	0.07291	60.05	4.3786	4.5148	3.1095
Multímetro	0.7233	0.07032	1	0.07032	0.07291	60.05	4.3786	4.228	3.5592

a) Prueba de hipótesis nula

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

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

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

Donde M son los miligramos recuperados.

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

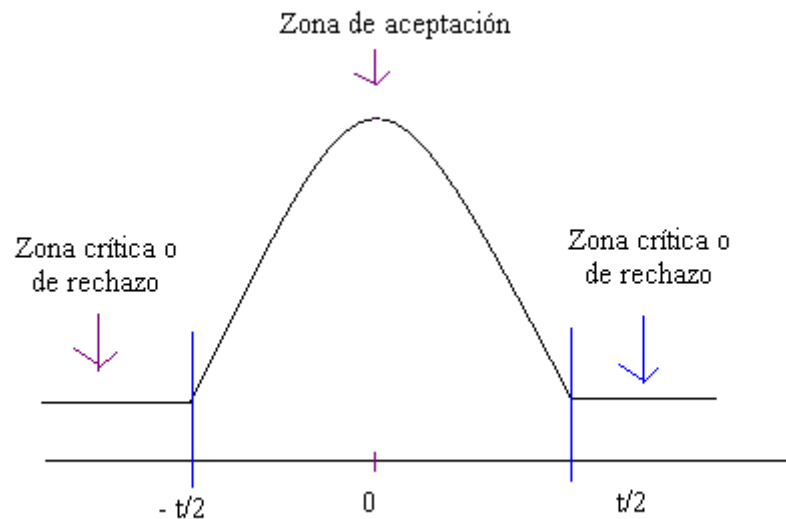


Figura 8.- Representación de la distribución “t” de Student.

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

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

- **Cálculo de “t”**

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

Donde:

\bar{X}_1 y \bar{X}_2 : son las medias poblacionales (multímetro y potenciómetro, respectivamente)

S_1 y S_2 : son las desviaciones estándar, respectivamente

n_1 y n_2 : es el número de muestras, respectivamente

- **Cálculo de grados de libertad**

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

Donde:

S_1 y S_2 : son las desviaciones estándar de multímetro y potenciómetro, respectivamente

Una vez planteadas las ecuaciones, se obtuvo lo siguiente:

I.- ÓXIDO – REDUCCIÓN

Evento	Miligramos recuperados	
	Potenciómetro	Multímetro
I	39.1905	39.1905
II	39.1905	39.1905
III	39.1905	39.1905
IV	39.1905	39.1905
V	39.1905	39.1905
VI	39.1905	39.1905
VII	39.1905	40.7581
VIII	37.6229	39.1905
IX	39.1905	39.1905
X	37.6229	39.1905
XI	37.6229	39.1905
XII	39.1905	40.7581
XIII	39.1905	39.1905
XIV	39.1905	39.1905
XV	39.1905	39.1905
Media	38.8769	39.3994
Desv. STD	0.64905	0.5515
Varianza	0.4212	0.3042

g.l	29.1886
Valor de "t" calculado	2.3759
Valor crítico superior	2.4620
Valor crítico inferior	-2.4620

Tablas 11 y 12.- Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio, con un nivel de confianza de 98%.

Como se muestra en la tabla 12, "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$-2.4620 < 2.3759 < 2.4620$$

Es decir que en la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio, los miligramos promedio recuperados empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los miligramos promedio recuperados empleando un potenciómetro como sistema de medición.

II.- COMPLEJOS

Evento	Miligramos recuperados	
	Potenciómetro	Multímetro
I	3.9216	3.9216
II	3.8039	3.9216
III	3.9216	3.9216
IV	3.9216	3.9216
V	3.9216	4.0000
Media	3.8981	3.9373
Desv. STD	0.0526	0.0351
Varianza	0.0028	0.0012

g.l	8.4536
Valor de "t" calculado	1.3867
Valor crítico superior	2.8214
Valor crítico inferior	-2.8214

Tablas 13 y 14.- Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA, con un nivel de confianza de 98%.

Como se muestra en la tabla 14 "t" calculada es menor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 no se rechaza:

$$-2.8214 < 1.3867 < 2.8214$$

Es decir que en la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA, los miligramos promedio recuperados empleando un multímetro como sistema de medición, son iguales a los miligramos promedio recuperados empleando un potenciómetro como sistema de medición.

III.- ÁCIDO – BASE

Evento #	Miligramos recuperados	
	Potenciómetro	Multímetro
I	4.3786	4.3786
II	4.6706	4.0867
III	4.6706	4.0867
IV	4.6706	4.6706
V	4.3786	4.3786
VI	4.3786	4.3786
VII	4.3786	4.0867
VIII	4.6706	4.0867
IX	4.3786	4.0867
X	4.9625	4.0867
XI	4.3786	4.0867
XII	4.3786	4.3786
XIII	4.6706	4.3786
XIV	4.3786	4.0867
XV	4.3786	4.0867
Media	4.5149	4.2230
Desv. STD	0.1868	0.1868
Varianza	0.0349	0.0349

g.l	30
Valor calculado de "t"	4.27948
Valor crítico superior	2.4570
Valor crítico inferior	-2.4570

Tablas 15 y 16.- Resultados de la Prueba de Hipótesis Nula para ácido acético con hidróxido de sodio, con un nivel de confianza de 98%.

Como se muestra en la tabla 16 "t" calculada es menor mayor que el valor crítico superior y mayor que el valor crítico inferior obtenidos de tablas, por lo cual H_0 se rechaza:

$$-2.4570 < 1.3867 < 2.8214$$

Es decir que en la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio, los miligramos promedio recuperados empleando un multímetro como sistema de medición, son diferentes de los miligramos promedio recuperados empleando un potenciómetro como sistema de medición.

4.2 Validación de los métodos de microvaloración de sistemas óxido – reducción, ácido – base y complejos utilizando multímetro como sistema de medición

I.- EXACTITUD, PRESICIÓN Y LINEALIDAD.

- **REDOX**

En las figuras IX, X, XI y XII se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 3 valoraciones de 1 mL, 2 mL, 3mL y 4 mL de sulfato ferroso amoniacal, respectivamente, con dicromato de potasio empleando multímetro como sistema de medición. En las gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la figura XIII se muestran los resultados de los gramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal. En la figura XIV se muestran los volúmenes de punto de equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 17 se muestra el valor promedio de los gramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 18 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

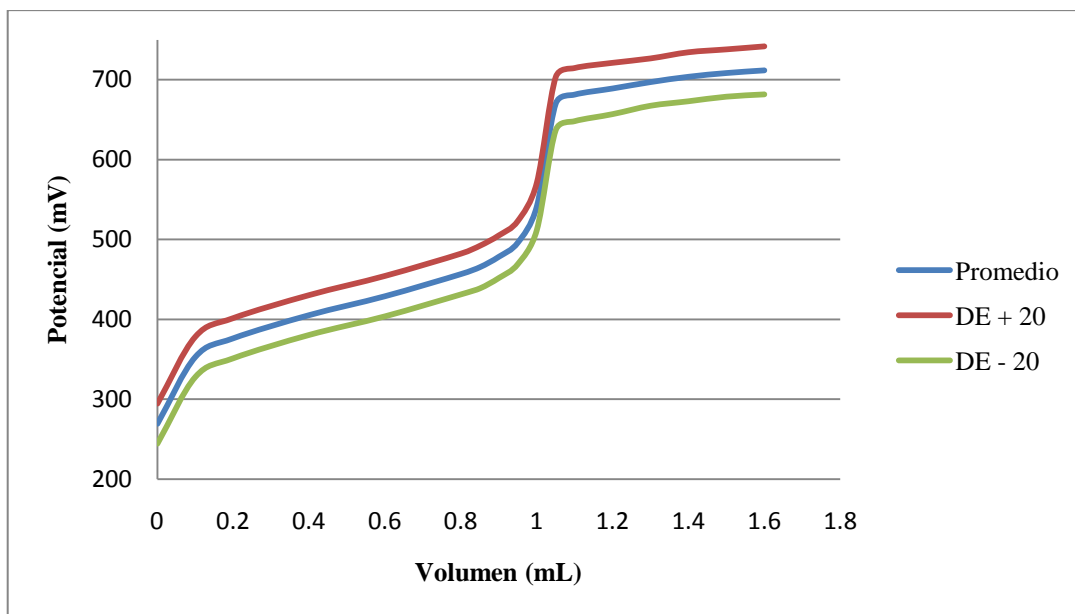


FIGURA IX. Curva promedio de 3 valoraciones de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

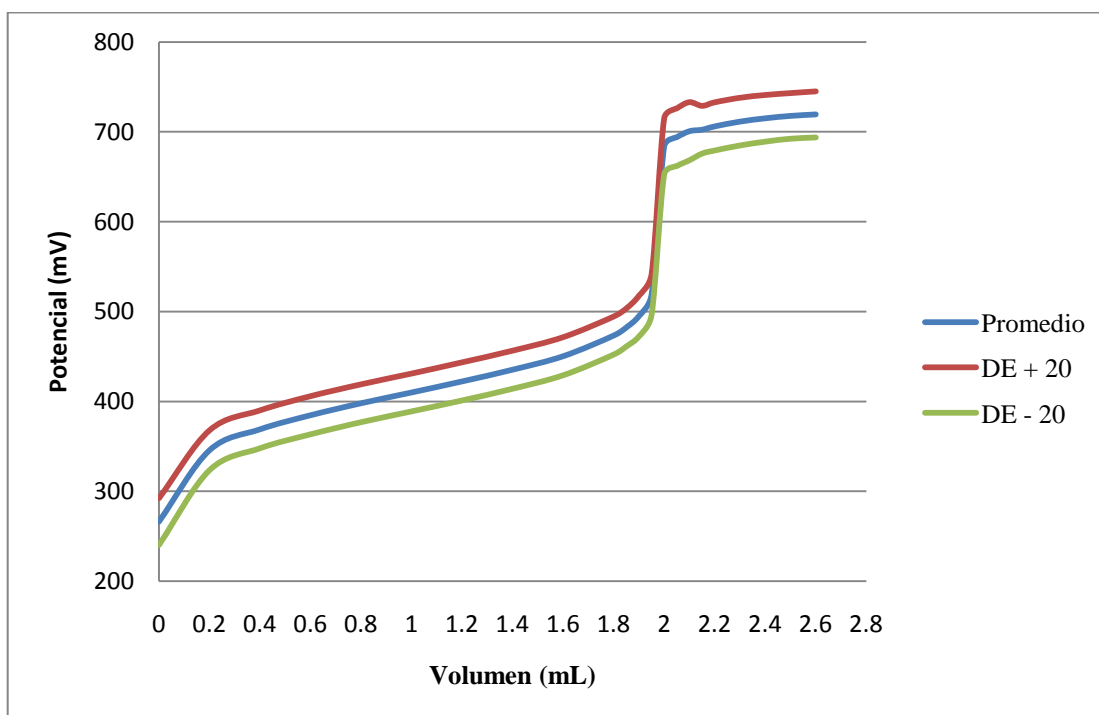


FIGURA X. Curva promedio de 3 valoraciones de 2 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

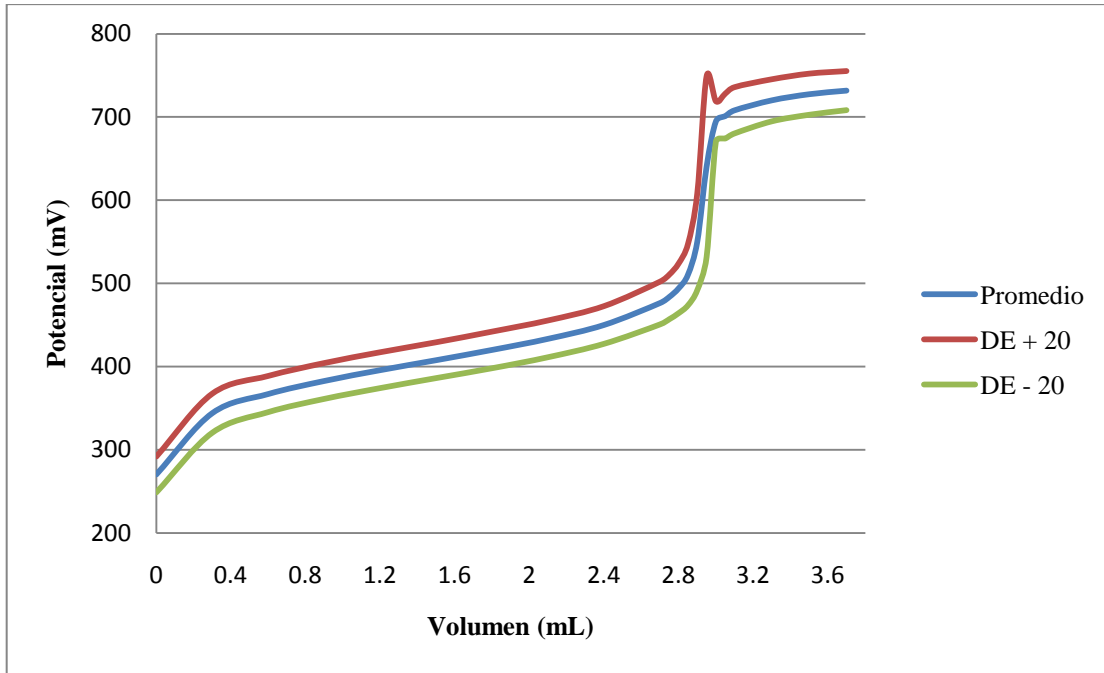


FIGURA XI. Curva promedio de 3 valoraciones de 3 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

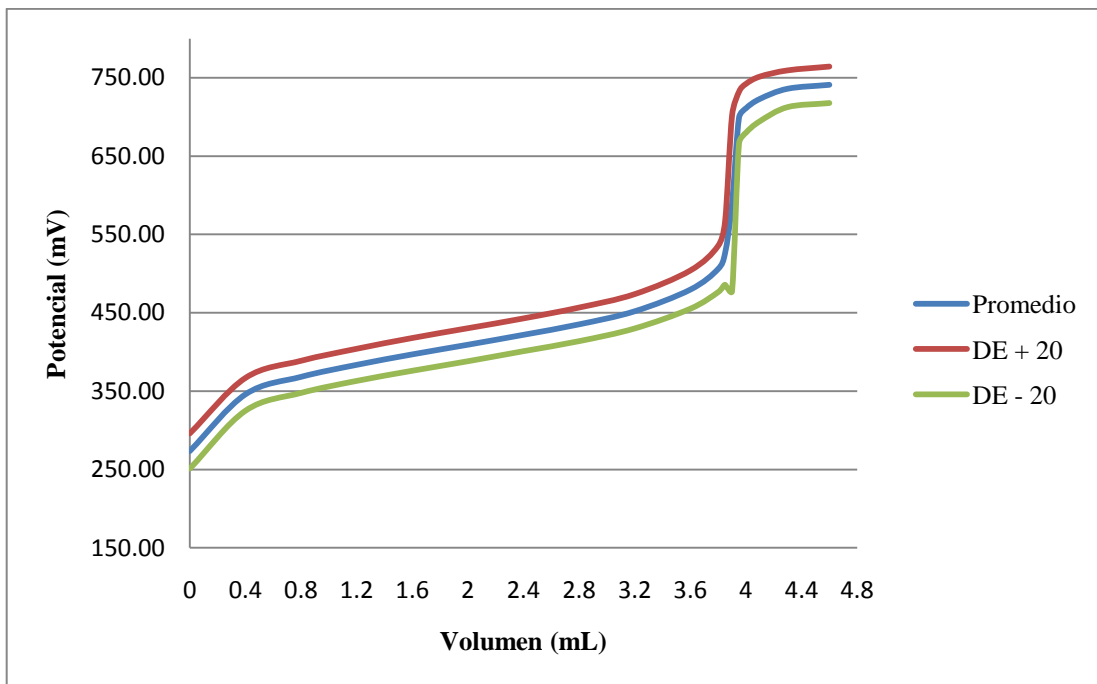


FIGURA XII. Curva promedio de 3 valoraciones de 4 mL de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

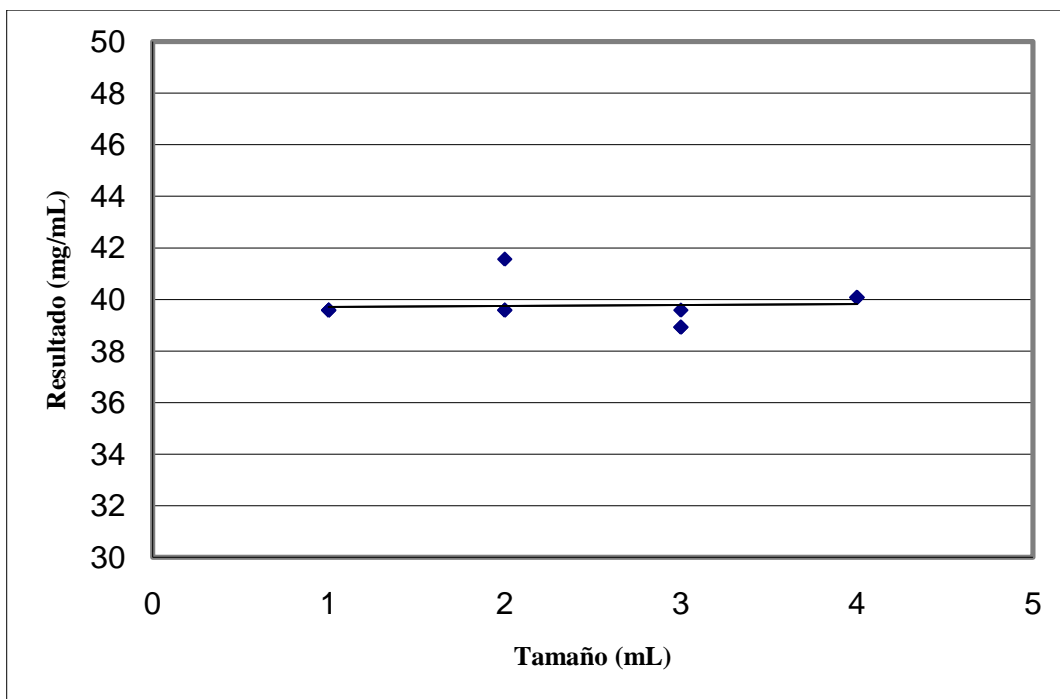


FIGURA XIII. Curva de gramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N). Multímetro.

Ecuación de la regresión lineal:

$$Y = 0.038 x + 39.67 \quad R^2 = 0.004$$

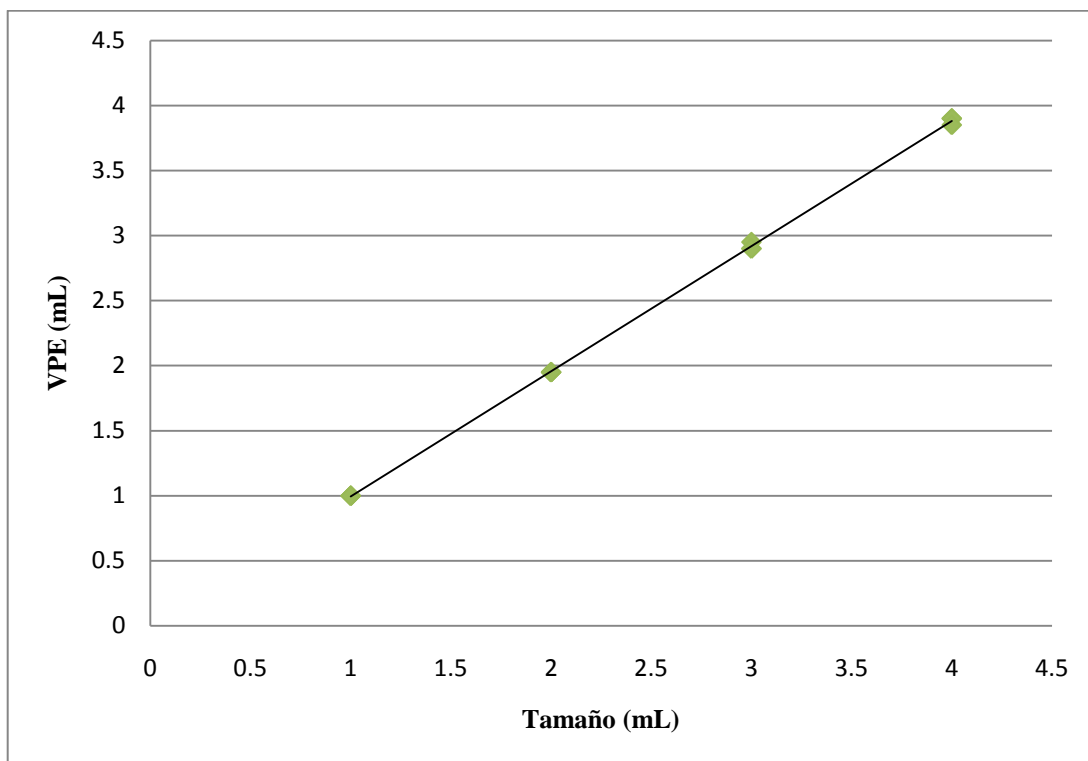


FIGURA XIV. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$Y = 0.961 x + 0.033 \quad R^2 = 0.999$$

Tabla 17. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

No. De muestras	12
Valor teórico	39.3503 mg/mL
Valor promedio encontrado	38.7793 mg/mL
Desviación con el teórico	0.5710
Desviación relativa al teórico	1.4511%
Desviación estándar	0.5331
Coefficiente de variación	1.3749

Tabla 18. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

Error sistemático	0.033 mL/mL
Coefficiente de correlación R^2	0.999
No linealidad	0.038 (mg/mL) / mL

Exactitud: Como se muestra en la tabla 17, la desviación relativa al valor teórico es de 1.4511%, es decir, el valor experimental encontrado (medido) difiere 1.4511% del valor verdadero (teórico).

Precisión: El coeficiente de variación es de 1.3749, lo cual indica que los valores experimentales encontrados (medidos) varían 1.3749%.

Linealidad: La linealidad del método es buena pues el coeficiente de correlación del gráfico correspondiente al volumen de punto de equivalencia respecto al tamaño la muestra (figura XIV) es de 0.999, puesto que $0.999 > 0.995$, los resultados obtenidos son directamente proporcionales a la concentración del analito y no dependen del tamaño de la muestra.

Como se indica en la tabla 18, los errores sistemáticos, es decir, los errores inherentes al propio método, indicados por la ordenada al origen de la regresión lineal de la figura XIII, tienen un valor de 33 μL .

- **ACIDO – BASE**

En las figuras XV, XVI, XVII y XVIII se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 3 valoraciones de 1 mL, 2 mL, 3mL y 4 mL de ácido acético con hidróxido de sodio empleando multímetro como sistema de medición, respectivamente. En las gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la figura XIX se muestran los resultados de los gramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal. En la figura XX se muestran los volúmenes de punto de equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 19 se muestra el valor promedio de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 20 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de ácido acético con hidróxido de sodio.

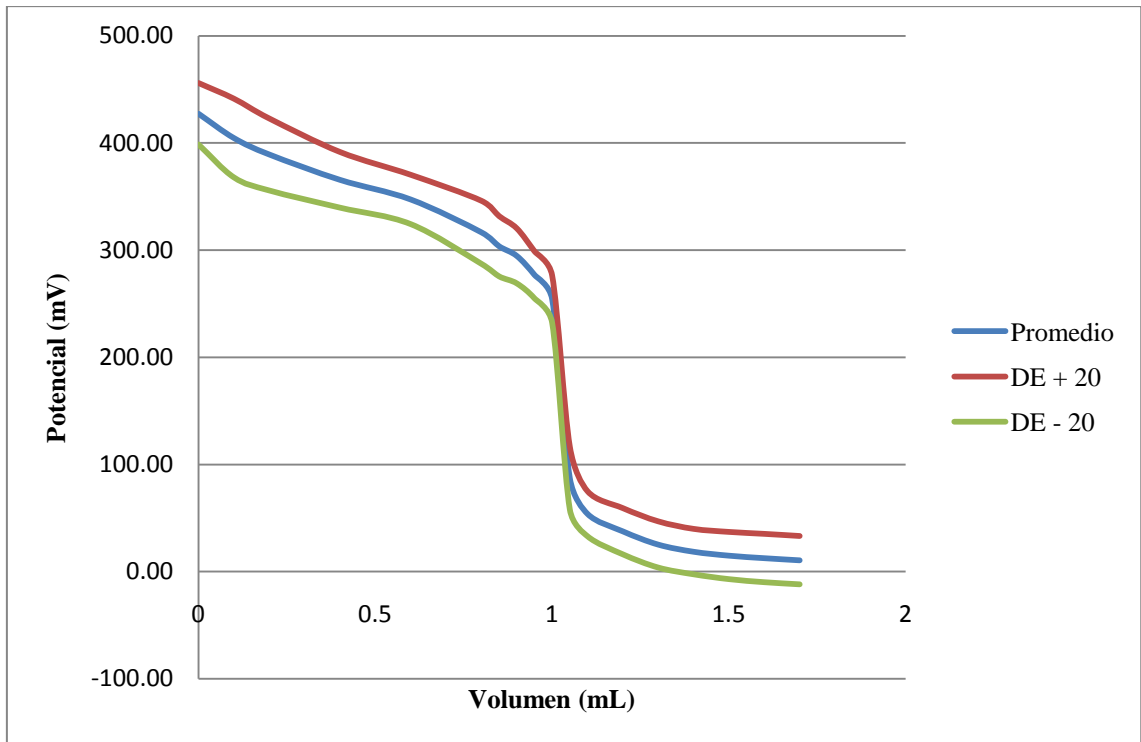


FIGURA XV. Curva promedio de 3 valoraciones de 1 mL de ácido acético (0.093N) con hidróxido de sodio (0.102N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

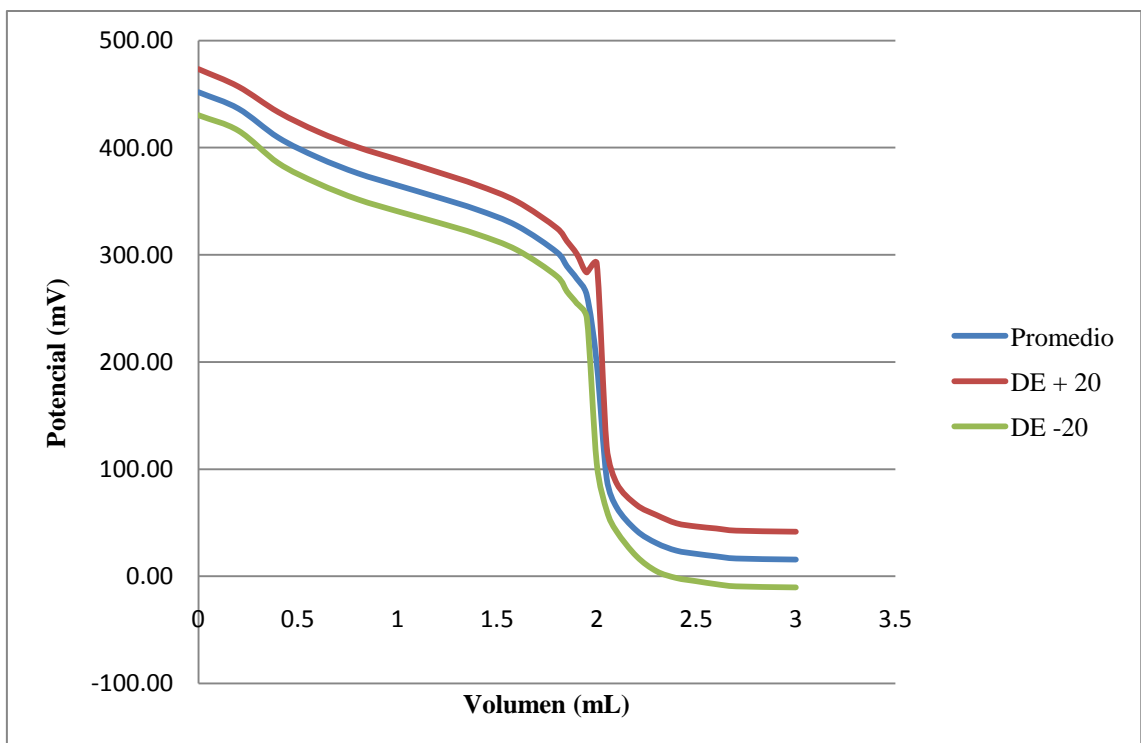


FIGURA XVI. Curva promedio de 3 valoraciones de 2 ml de ácido acético (0.100 N) con hidróxido de sodio (0.102 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro

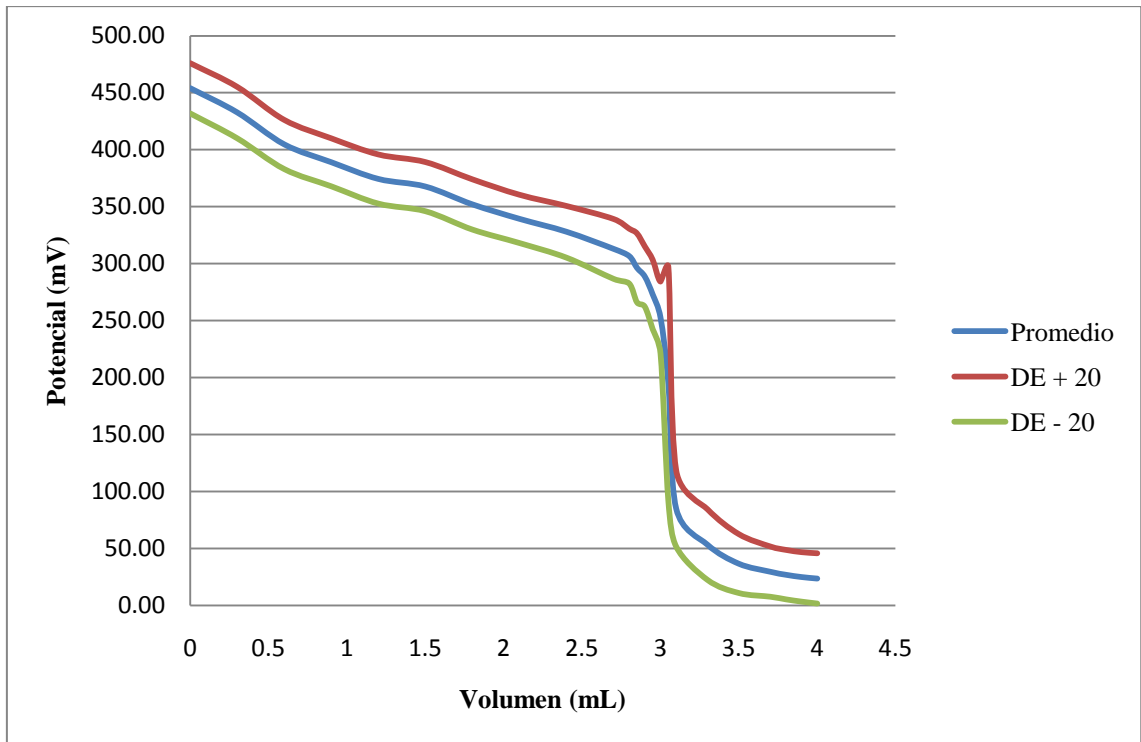


FIGURA XVII. Curva promedio de 3 valoraciones de 3 mL de ácido acético (0.100 N) con hidróxido de sodio (0.102 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro

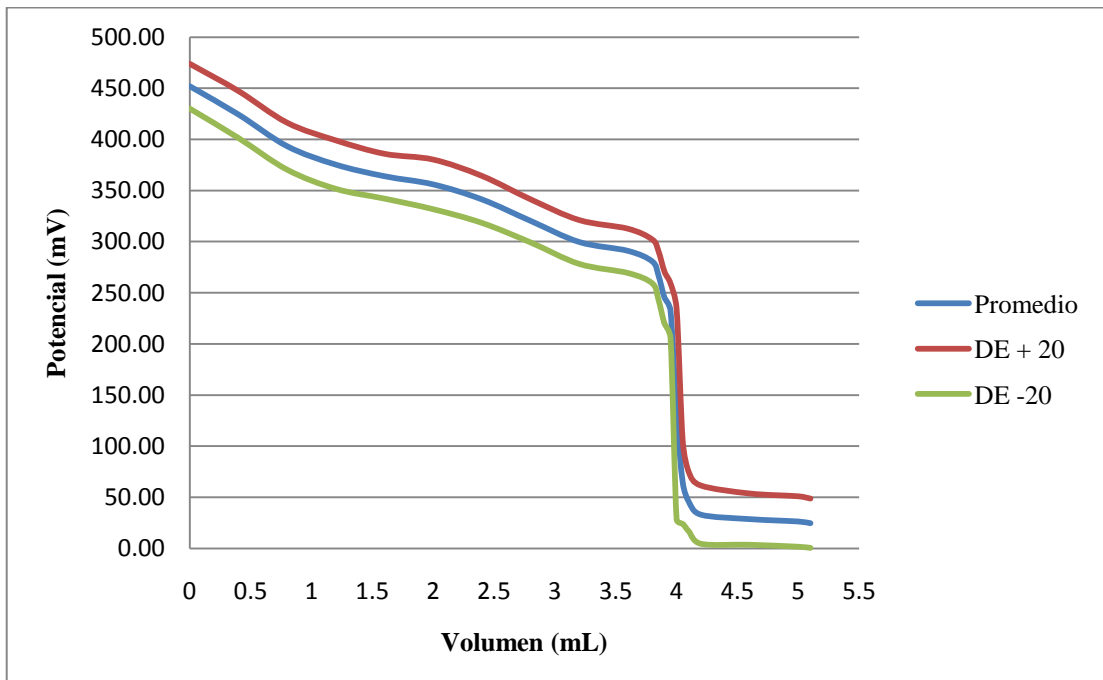


FIGURA XVIII. Curva promedio de 3 valoraciones de 4 mL de ácido acético (0.100 N) con hidróxido de sodio (0.102 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro

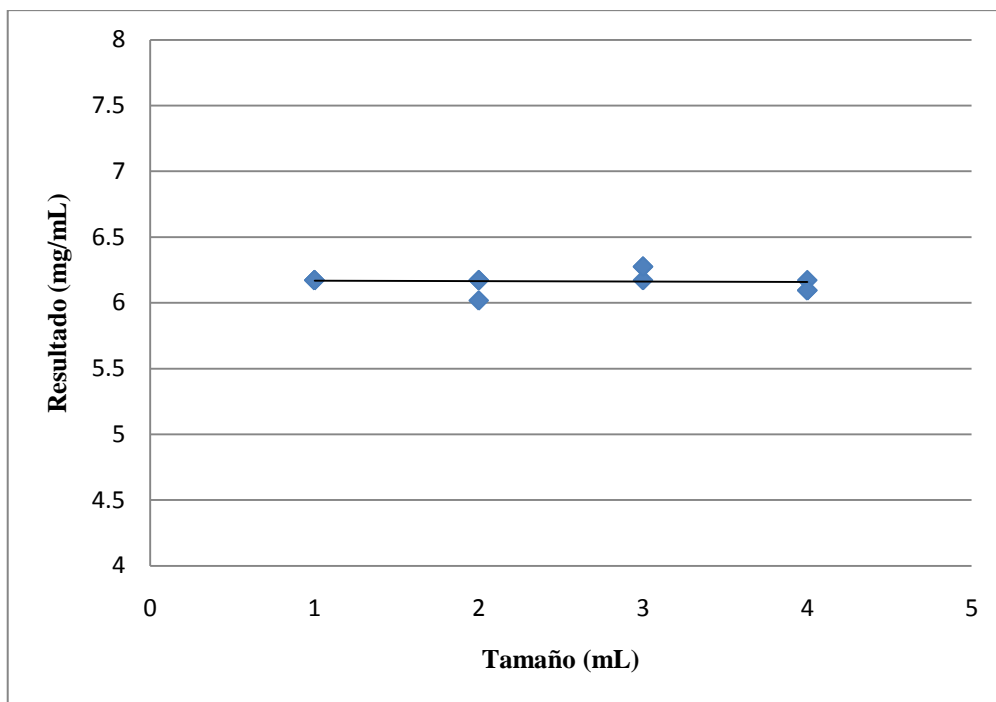


FIGURA XIX. Curva de miligramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de ácido acético (0.100 N) con hidróxido de sodio (0.102 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = -0.003x + 6.171 \quad R^2 = 0.003$$

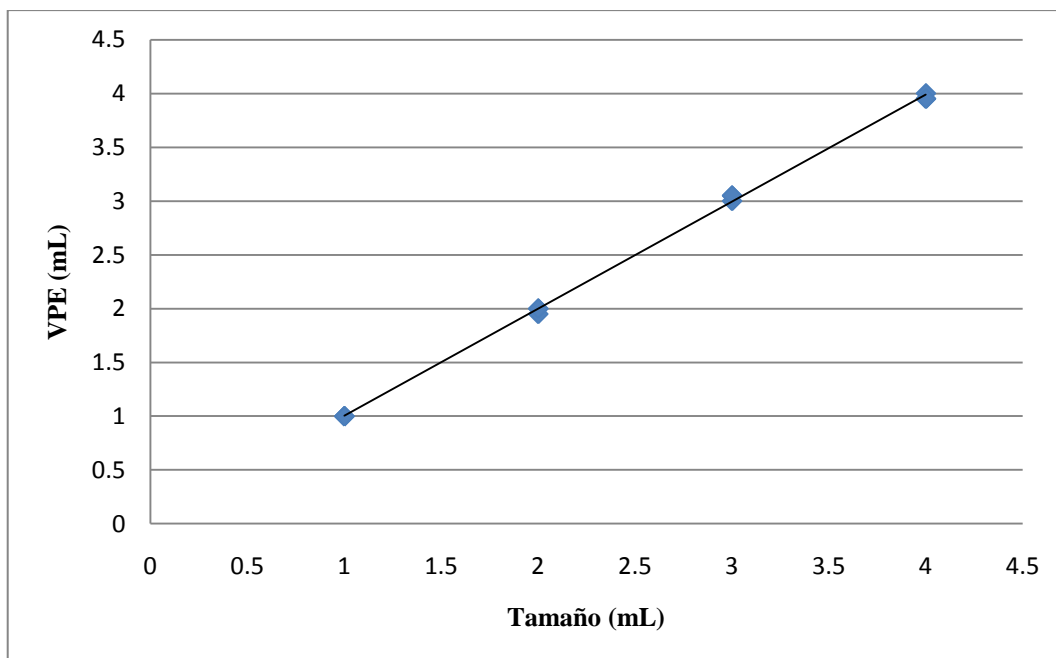


FIGURA XX. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de ácido acético (0.100 N) con hidróxido de sodio (0.102 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 0.995x + 0.008 \quad R^2 = 0.999$$

Tabla 19. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración ácido acético con hidróxido de sodio

No. De muestras	12
Valor teórico	6.0346 mg/mL
Valor promedio encontrado	6.1632 mg/mL
Desviación con el teórico	0.1285
Desviación relativa al teórico (%)	2.1306
Desviación estándar	0.0713
Coefficiente de variación (%)	1.15

Tabla 20. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio

Error sistemático	0.008 mL/mL
Coefficiente de correlación R^2	0.999
No linealidad	0.003 (mg/mL) / mL

Exactitud: Como se muestra en la tabla 19, la desviación relativa al valor teórico es de 2.1306%, es decir, el valor experimental encontrado (medido) difiere 2.1306 % del valor verdadero (teórico).

Precisión: El coeficiente de variación es de 1.15%, lo cual indica que los valores experimentales encontrados (medidos) varían 1.15%.

Linealidad: La linealidad del método es buena pues el coeficiente de correlación del gráfico correspondiente al volumen de punto de equivalencia respecto al tamaño la muestra (figura XX) es de 0.999, puesto que $0.999 > 0.995$, los resultados obtenidos son directamente proporcionales a la concentración del analito y no dependen del tamaño de la muestra.

Como se indica en la tabla 14, los errores sistemáticos, es decir, los errores inherentes al propio método, indicados por la ordenada al origen de la regresión lineal de la figura XIX, tienen un valor de 8 μ L.

- **COMPLEJOS**

En las figuras XXI, XXII, XXIII y XXIV se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas de 3 valoraciones de 1 mL, 2 mL, 3 mL y 4 mL de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA empleando multímetro como sistema de medición, respectivamente. En las gráficas se incluye el intervalo de la desviación estándar para cada volumen agregado incrementada en un factor de 20, con el fin de obtener una apreciación visual sencilla.

En la figura XXV se muestran los resultados de los gramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal. En la figura XXVI se muestran los volúmenes de punto de equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 21 se muestra el valor promedio de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 22 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

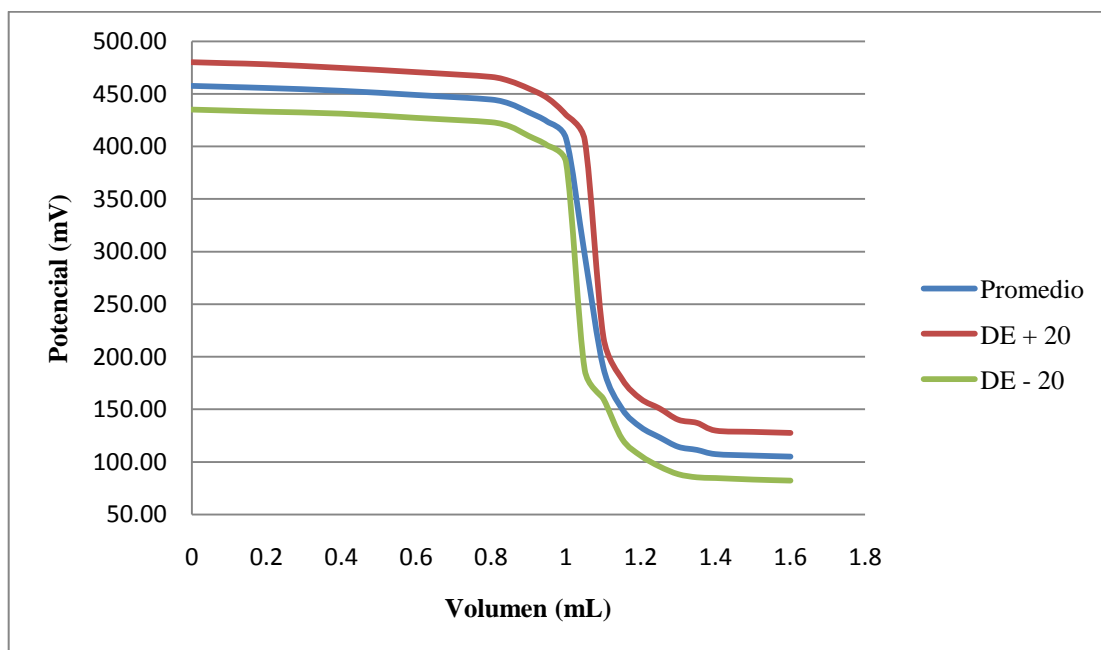


FIGURA XXI. Curva promedio de 3 valoraciones de 1 mL de sulfato ferrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

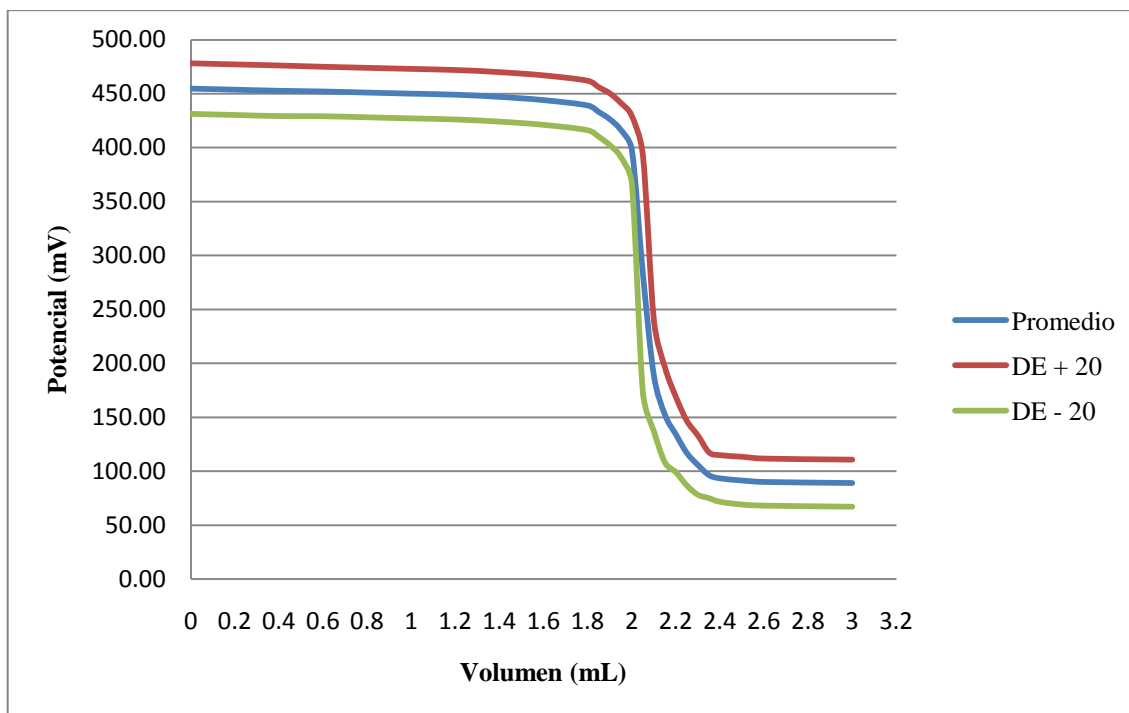


FIGURA XXII. Curva promedio de 3valoraciones de 2 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

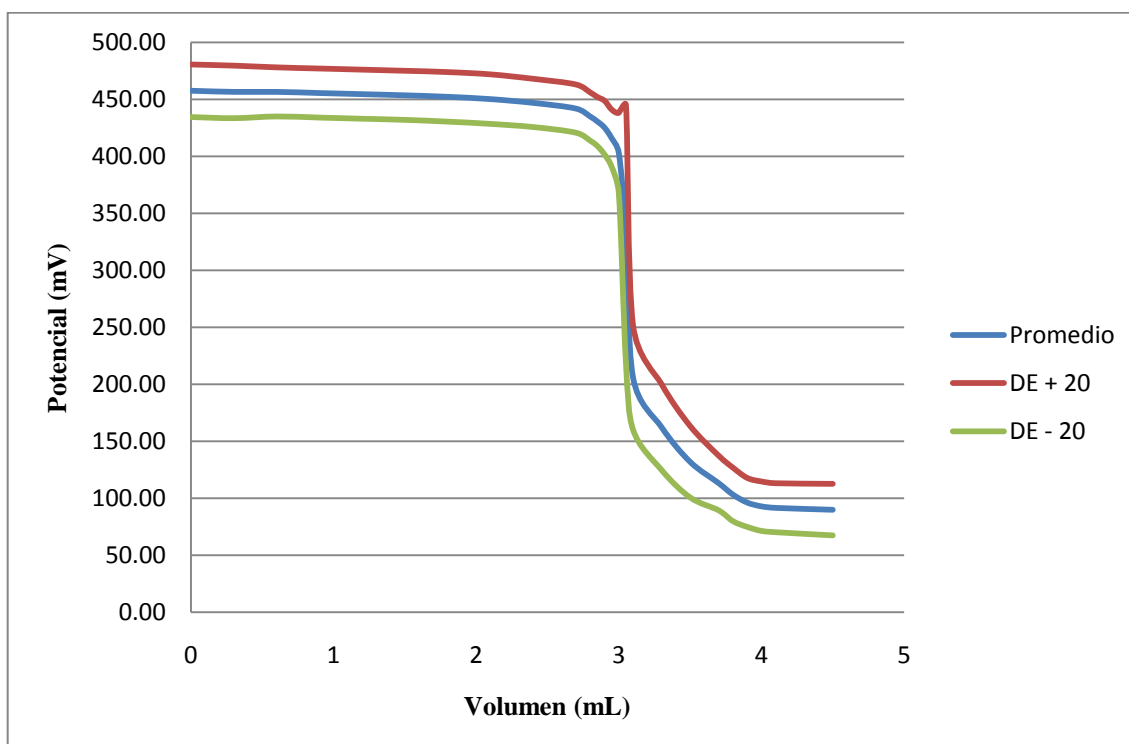


FIGURA XXIII. Curva promedio de 3 valoraciones de 3 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

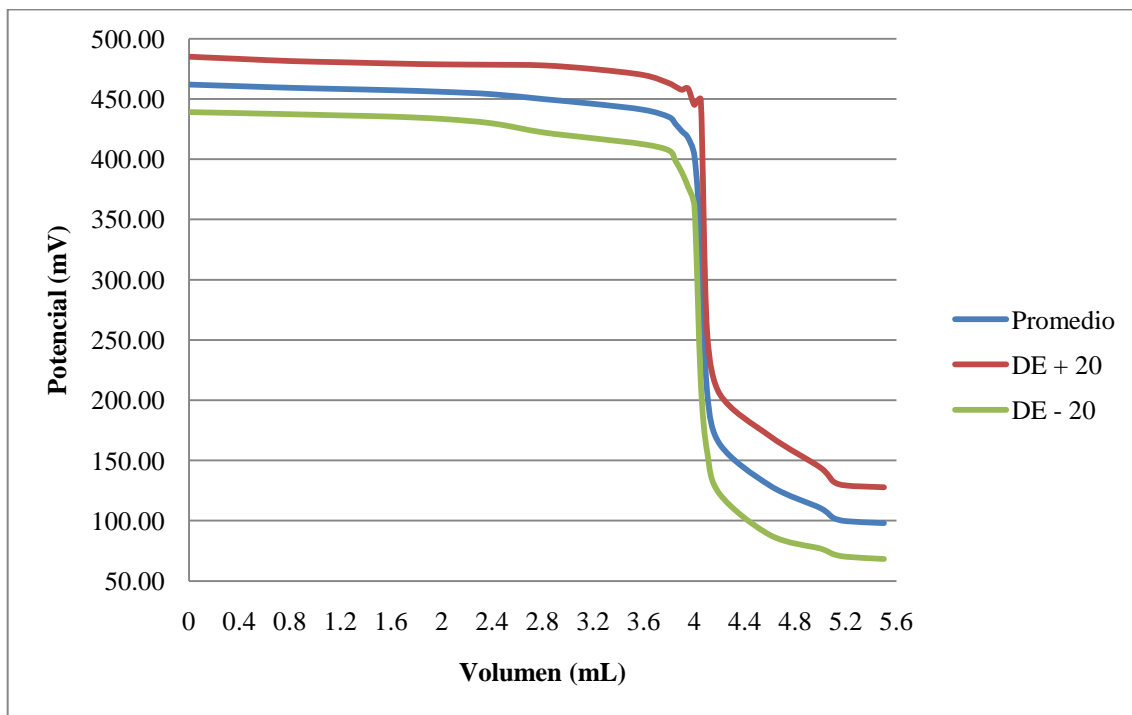


FIGURA XXIV. Curva promedio de 3 valoraciones de 4 mL de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N) y sus desviaciones estándar ± 20 (DE ± 20) para cada volumen adicionado. Multímetro.

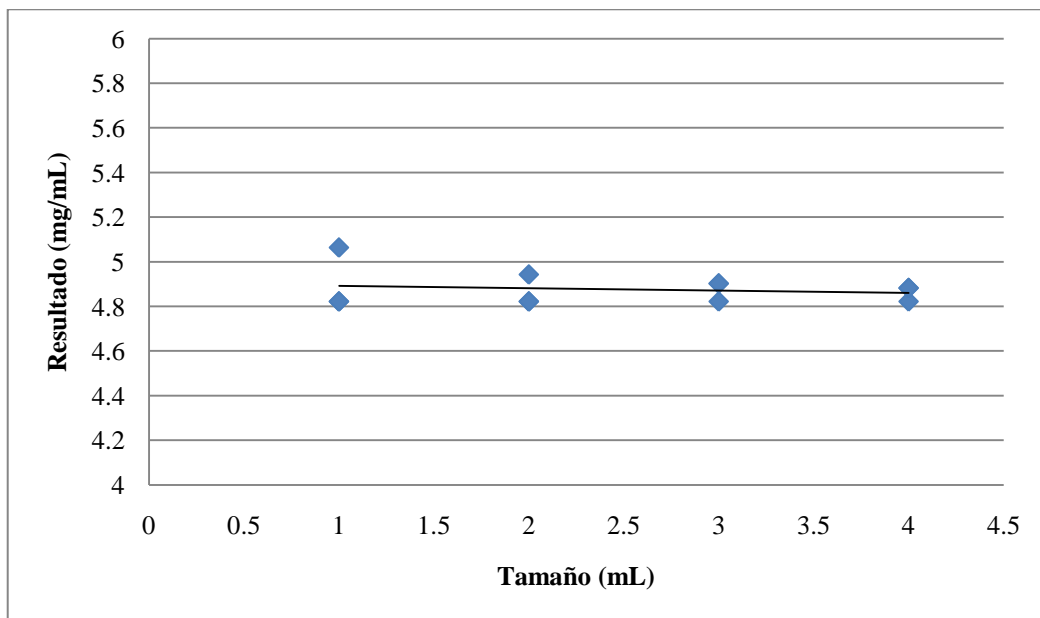


FIGURA XXV. Curva de miligramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.01 N) con EDTA (0.01 N). Multímetro.

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = - 0.0107 x + 4.9025 \quad R^2 = 0.0295$$

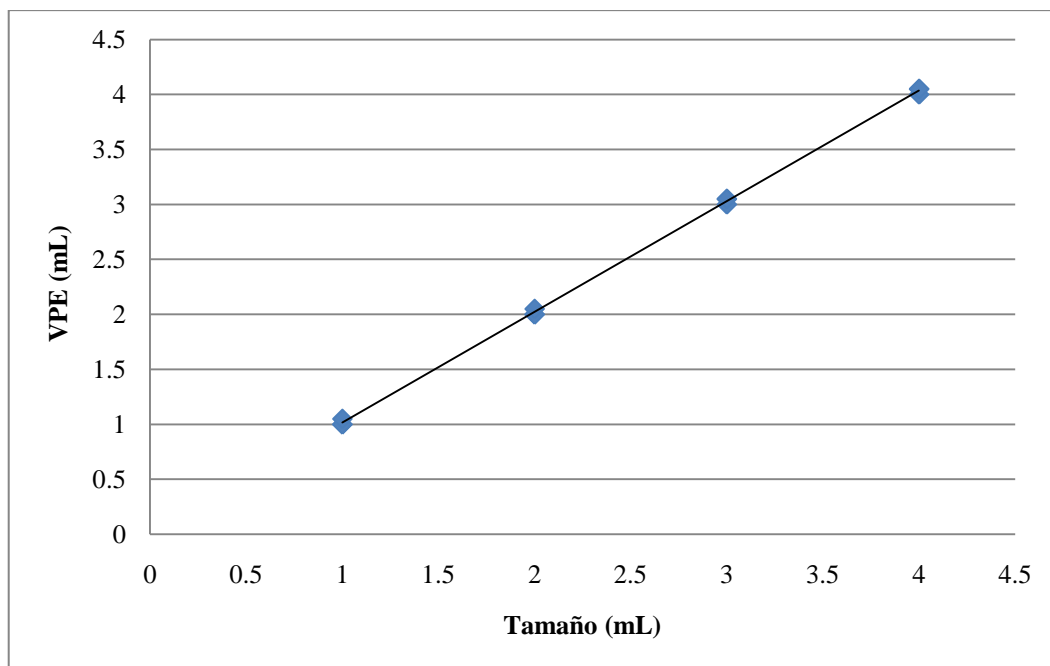


FIGURA XXVI. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N). Multimetro.

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 1.0067 x + 0.0083$$

$$R^2 = 0.999$$

Tabla 21. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

No. De muestras	12
Valor teórico	4.6881 mg/mL
Valor promedio encontrado	4.8757 mg/mL
Desviación con el teórico	0.1875
Desviación relativa al teórico (%)	4.0000
Desviación estándar	0.0728
Coefficiente de variación (%)	1.4944

Tabla 22. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

Error sistemático	0.0083 mL/mL
Coeficiente de correlación R ²	0.999
No linealidad	0.0107 (mg/mL) / mL

Exactitud: Como se muestra en la tabla 15, la desviación relativa al valor teórico es de 4.000%, es decir, el valor experimental encontrado (medido) difiere 4.0000 % del valor verdadero (teórico).

Precisión: El coeficiente de variación es de 1.4944%, lo cual indica que los valores experimentales encontrados (medidos) varían 1.4944%.

Linealidad: La linealidad del método es buena pues el coeficiente de correlación del gráfico correspondiente al volumen de punto de equivalencia respecto al tamaño la muestra (figura XXVI) es de 0.999, puesto que $0.999 > 0.995$, los resultados obtenidos son directamente proporcionales a la concentración del analito y no dependen del tamaño de la muestra.

Como se indica en la tabla 22, los errores sistemáticos, es decir, los errores inherentes al propio método, indicados por la ordenada al origen de la regresión lineal de la figura XXV, tienen un valor de 83 μ L.

II.- ROBUSTEZ

- **REDOX**

En la figura XXVII se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra los días de análisis para una muestra de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

En la tabla 23 se muestran los valores de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico y sus desviaciones.

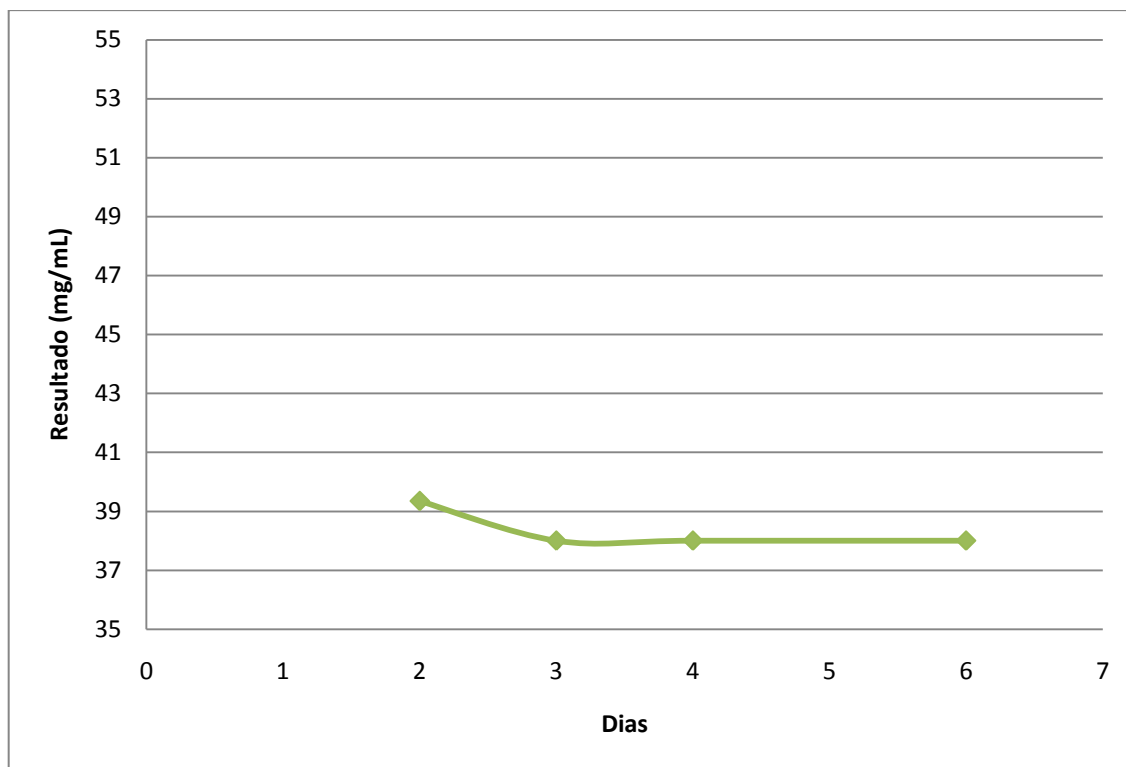


FIGURA XXVII. Curva de miligramos recuperados contra días de análisis para la valoración de 1 ml de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N). Multímetro

Tabla 23 Miligramos promedio recuperados por días comparados con el valor teórico y sus desviaciones.

Días de análisis	1	2	3	4	6
Valor teórico (mg/mL)	39.3503	39.3503	39.3503	39.3503	39.3503
Resultado (mg/mL)	39.3528	38.0067	38.0067	38.0067	37.2149
Desviación con el teórico	0.0025	1.3436	1.3436	1.3436	2.1354
Desviación relativa al teórico (%)	0.0063	3.4144	3.4144	3.4144	5.4266
Desviación estándar	0.47215	0.7918	0.7918	0.7918	0.7918
Coefficiente de variación (%)	1.2072	2.0833	2.0833	2.0833	2.1276

Tal como se observa en la tabla 23, el coeficiente de variación del día 1 es menor que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.3749%), por otra parte, los coeficientes de variación de los días 2,3,4 y 6 son mayores que el reportado en el análisis de precisión por lo cual se concluye el método no es robusto a la variación del día de análisis y los resultados obtenidos se ven afectados por los cambios que implica esto tales como son las variaciones en la temperatura y humedad del laboratorio.

- **ÁCIDO – BASE**

En la figura XXVIII se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra la temperatura de análisis para la valoración de una muestra de ácido acético con hidróxido de sodio.

En la tabla 24 se muestra los valores de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico y sus desviaciones.

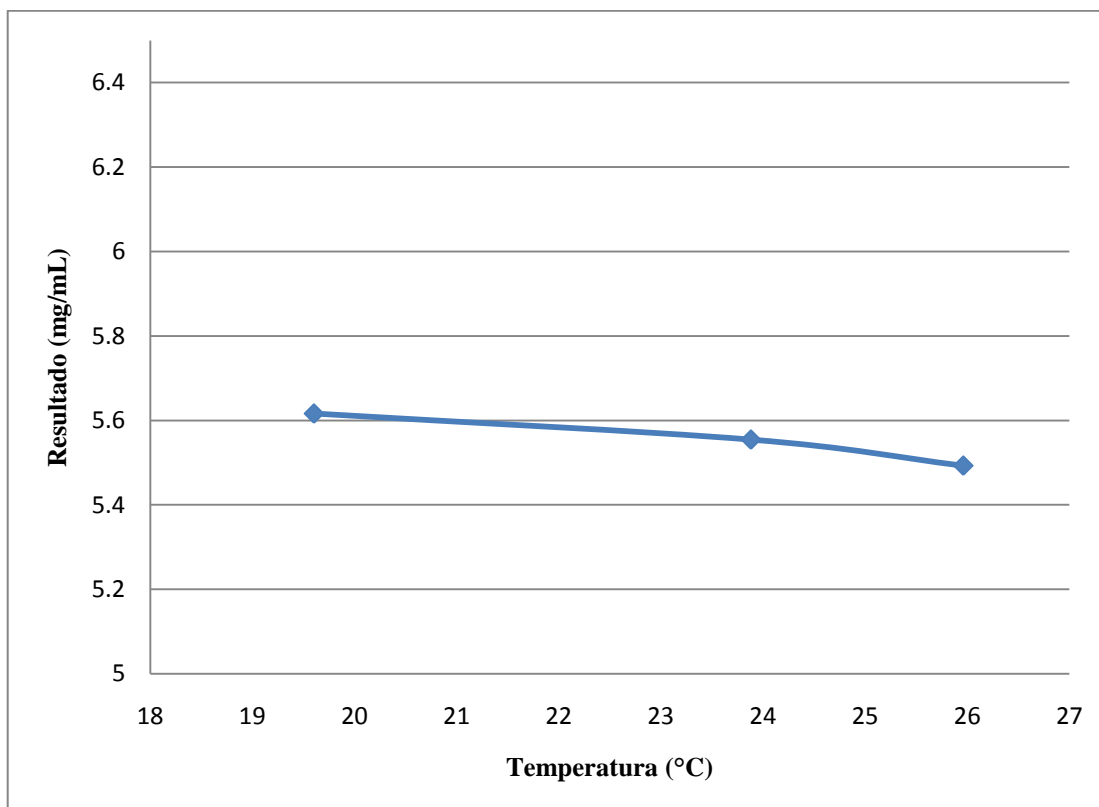


FIGURA XXVIII. Curva de gramos recuperados contra temperatura de análisis para la valoración de 1 mL de ácido acético (0.091 N) con hidróxido de sodio (0.102 N). Multímetro

Tabla 24. Miligramos promedio recuperados a distintas temperaturas de análisis comparados con el valor teórico y sus desviaciones.

Temperatura de análisis (° C)	19.6	23.88	25.96
Valor teórico (mg/mL)	5.4860	5.4860	5.4860
Resultado (mg/mL)	5.5176	5.5176	5.5546
Desviación con el teórico	0.0315	0.0315	0.0686
Desviación relativa al teórico (%)	0.575	0.575	1.25
Desviación estándar	0.0828	0.0828	0
Coefficiente de variación (%)	1.5007	1.5007	0

Tal como se observa en la tabla 18, los coeficientes de variación obtenidos a las temperaturas de 19.6° C y 23.88° C son mayores que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.1500%), por otra parte, el coeficiente de variación obtenido a las temperatura de 25.96 ° C es menor que el reportado en el análisis de precisión por lo cual se concluye el método no es robusto a la variación de la temperatura ambiental.

- **COMPLEJOS**

En la figura XXIX se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra la temperatura de análisis para la valoración de una muestra de de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

En la tabla 25 se muestra los valores de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico y sus desviaciones.

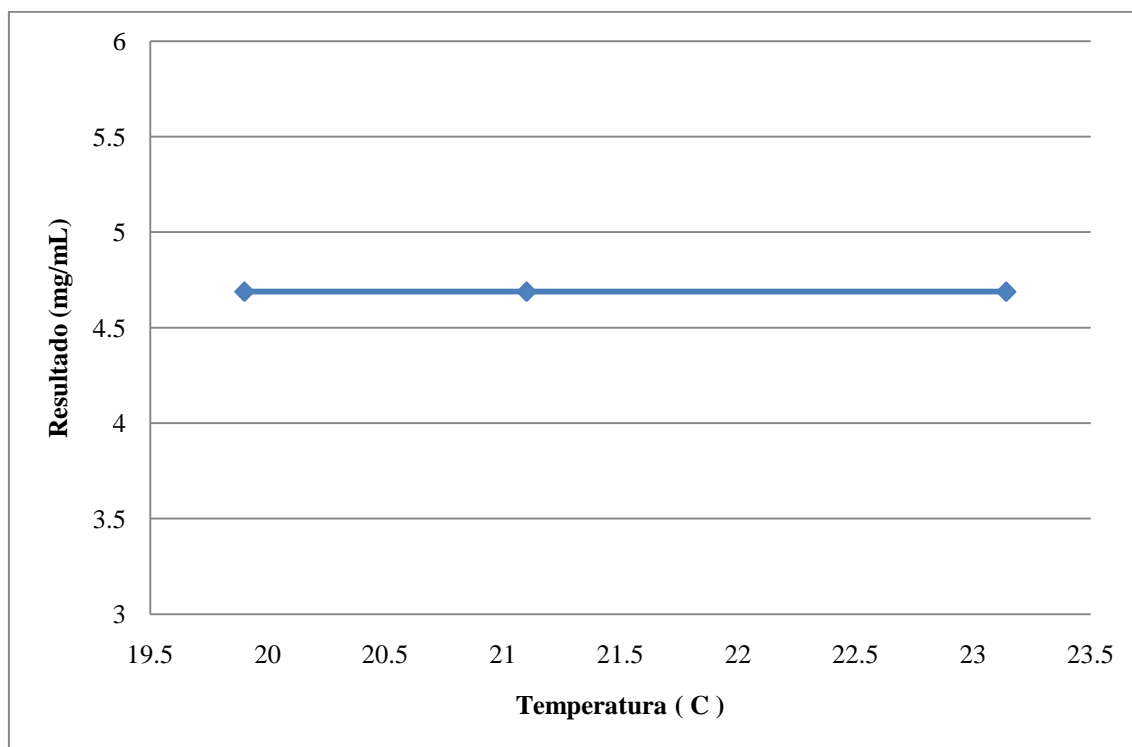


FIGURA XXIX. Curva de miligramos recuperados contra temperatura de análisis para la valoración de 1 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N). Multímetro.

Tabla 25. Miligramos promedio recuperados a distintas temperaturas de análisis comparados con el valor teórico y sus desviaciones.

Temperatura de análisis (° C)	19.9	21.1	23.14
Valor teórico (mg/mL)	4.688191667	4.688191667	4.688191667
Resultado (mg/mL)	4.8607	4.8607	4.8414
Desviación con el teórico	0.1725	0.1725	0.1532
Desviación relativa al teórico (%)	3.68	3.68	3.2685
Desviación estándar	0.0528	0.0528	0.043130531
Coefficiente de variación (%)	1.0868	1.0868	0.890863736

Tal como se observa en la tabla 25, los coeficientes de variación obtenidos a las temperaturas de 19.9° C, 21.10° C y 23.14° C son menores que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.4944%), por lo cual se concluye el método es robusto a la variación de la temperatura ambiental y los resultados obtenidos no se ven afectados por dicho cambio.

III.- REPETIBILIDAD

- **REDOX**

En la figura XXX se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal para 3 valoraciones de 1 mL, 2mL, 3 mL y 4 mL de sulfato ferroso amoniacal don dicromato de potasio empleando múltímetro como sistema indicador de fin de valoración. En la figura XXXI se muestran los volúmenes de punto de equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 26 se muestra el valor promedio de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 27 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

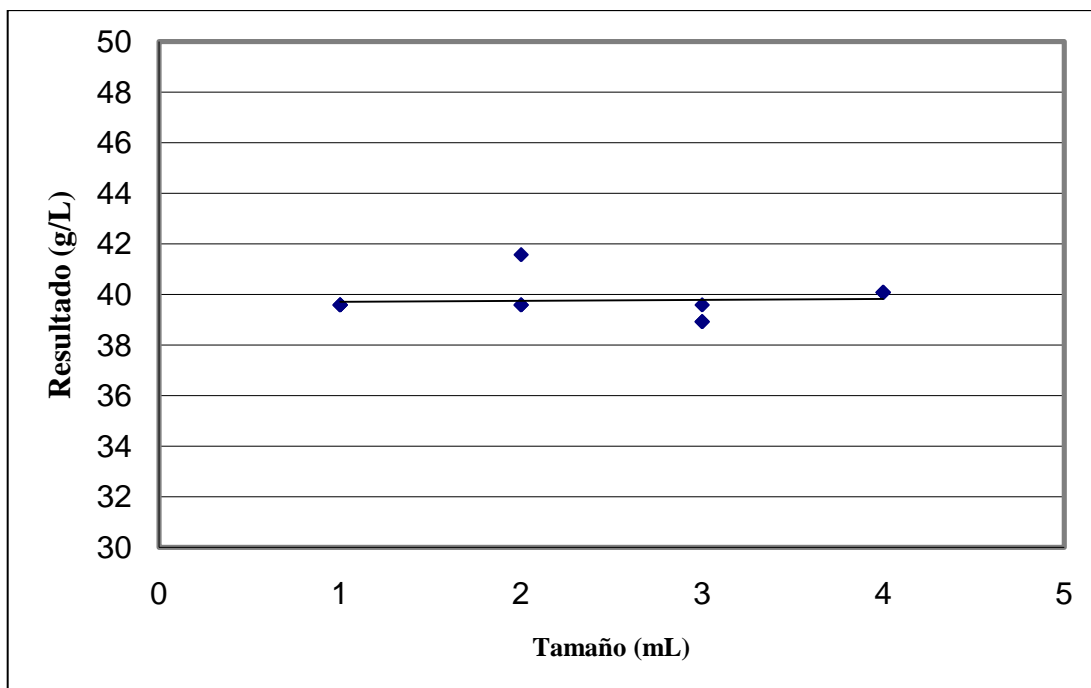


FIGURA XXX. Curva de miligramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato ferroso amoniacal (0.1003N) con dicromato de potasio (0.1009 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 0.038 x + 39.67 \quad R^2 = 0.004$$

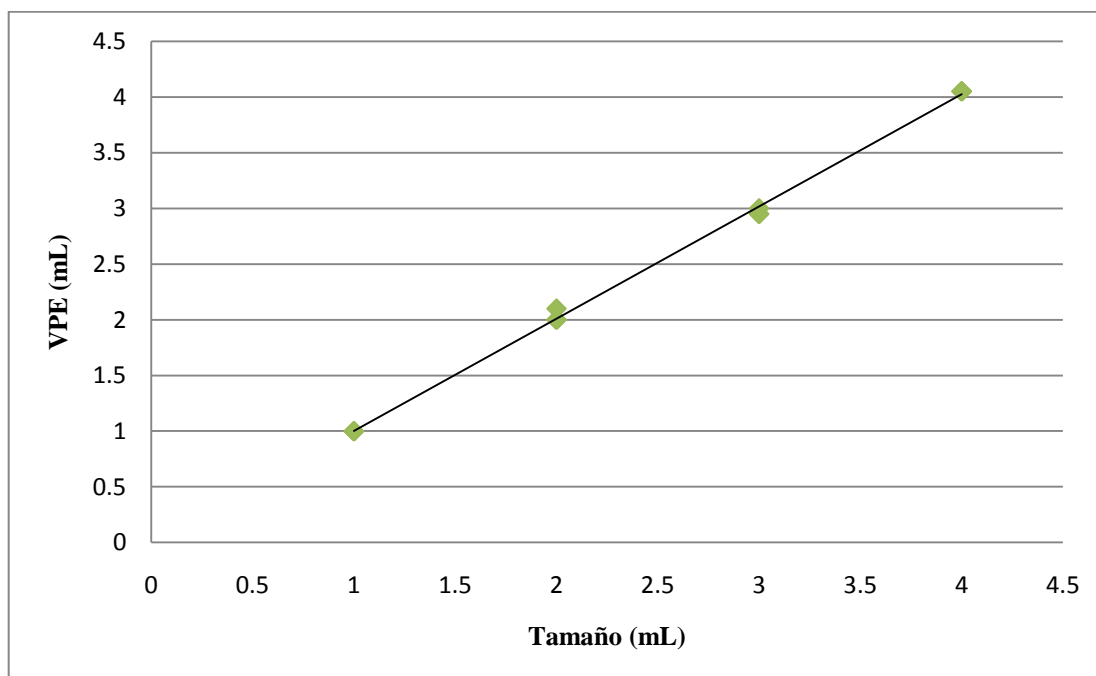


FIGURA XXXI. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato ferroso amoniacal (0.1003 N) con dicromato de potasio (0.1009 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 1.008 x - 0.008 \quad R^2 = 0.998$$

Tabla 26. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

No. De muestras	12
Valor teórico	39.37 mg/mL
Valor promedio encontrado	39.76 mg/mL
Desviación con el teórico	0.3965
Desviación relativa al teórico	1.0072%
Desviación estándar	0.6544
Coefficiente de variación (%)	1.6400

Tabla 27. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

Error sistemático	8×10^{-3} mL/mL
Coefficiente de correlación R^2	0.998
No linealidad	0.038 (mg/mL) / mL

Tal como se observa en la tabla 26, el coeficiente de variación obtenido es mayor que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.3749%), por lo cual se concluye que los resultados se vieron afectados por el cambio de operario, sin embargo, el método conservó su exactitud y linealidad ya que la desviación relativa al teórico es menor a la reportada en el análisis de exactitud (1.4511%) y el coeficiente de correlación es mayor que 0.995.

- **ÁCIDO – BASE**

En la figura XXXII se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal para 3 valoraciones de 1 mL, 2mL, 3 mL y 4 mL de ácido acético con hidróxido de sodio empleando multímetro como sistema indicador de fin de valoración. En la figura XXXIII se muestran los volúmenes de punto de

equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 28 se muestra el valor promedio de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 29 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de ácido acético con hidróxido de sodio.

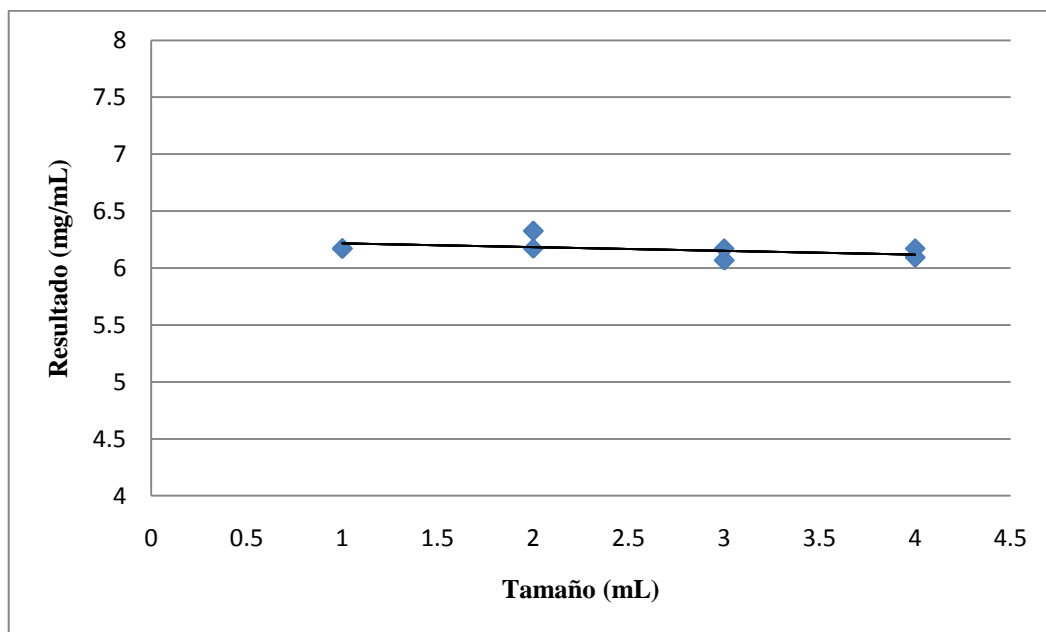


FIGURA XXXII. Curva de miligramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de ácido acético (0.093 N) con hidróxido de sodio (0.102 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = - 0.032 x + 6.249$$

$$R^2 = 0.197$$

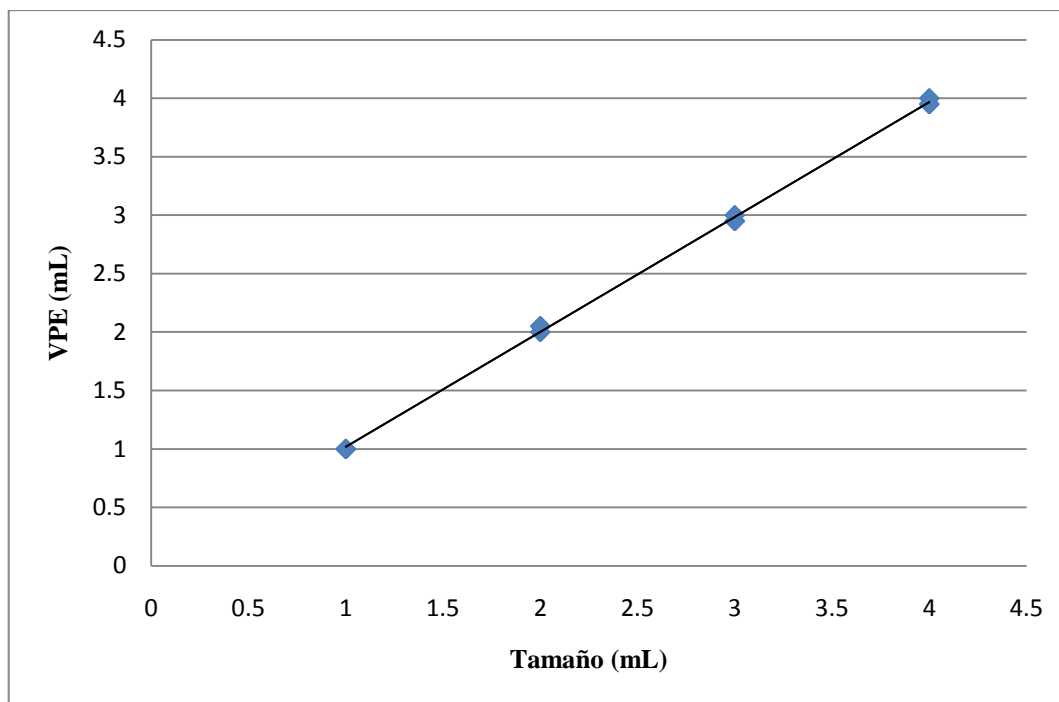


FIGURA XXXIII. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de ácido acético (0.093 N) con hidróxido de sodio (0.102 N). Multímetro

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 0.983 x + 0.033 \quad R^2 = 0.999$$

Tabla 28. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio

No. De muestras	12
Valor teórico	6.0346 mg/mL
Valor promedio encontrado	6.1675 mg/mL
Desviación con el teórico	0.1328
Desviación relativa al teórico (%)	2.2017
Desviación estándar	0.0855
Coficiente de variación (%)	1.3866

Tabla 29. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio

Error sistemático	0.033 mL/mL
Coeficiente de correlación R^2	0.999
No linealidad	0.032 (mg/mL) / mL

Tal como se observa en la tabla 29, el coeficiente de variación obtenido es mayor que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.1500%), por lo cual se concluye que los resultados se vieron afectados por el cambio de operario, sin embargo, el método conservó su exactitud y linealidad ya que la desviación relativa al teórico es muy cercana a la reportada en el análisis de exactitud (2.1306%) y el coeficiente correlación es mayor que 0.995.

- **COMPLEJOS**

En la figura XXXIV se muestran los resultados de los miligramos recuperados contra el tamaño de las muestras y su regresión lineal para 3 valoraciones de 1 mL, 2mL, 3 mL y 4 mL de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA empleando multímetro como sistema indicador de fin de valoración. En la figura XXXV se muestran los volúmenes de punto de equivalencia de cada muestra contra el tamaño de éstas, asimismo, se presenta su regresión lineal.

En la tabla 30 se muestra el valor promedio de los miligramos recuperados, la comparación con el valor teórico, sus desviaciones y el coeficiente de variación. En la tabla 31 se muestran los valores de error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de 12 muestras de distinto tamaño de sulfato férrico amoniacal con EDTA.

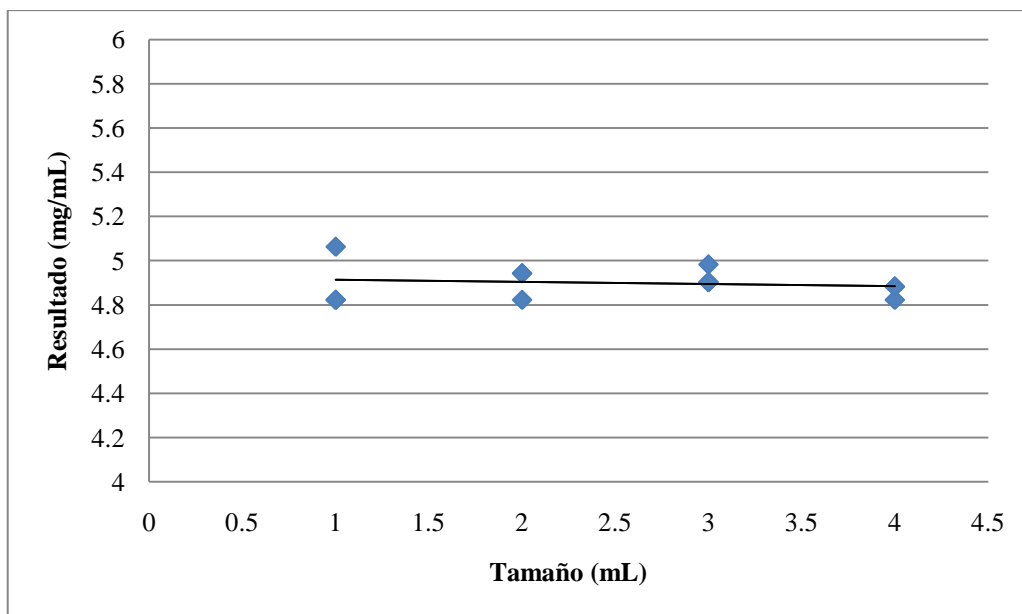


FIGURA XXXIV Curva de miligramos recuperados contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N). Multímetro.

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = - 0.0094 x + 4.9226 \quad R^2 = 0.0213$$

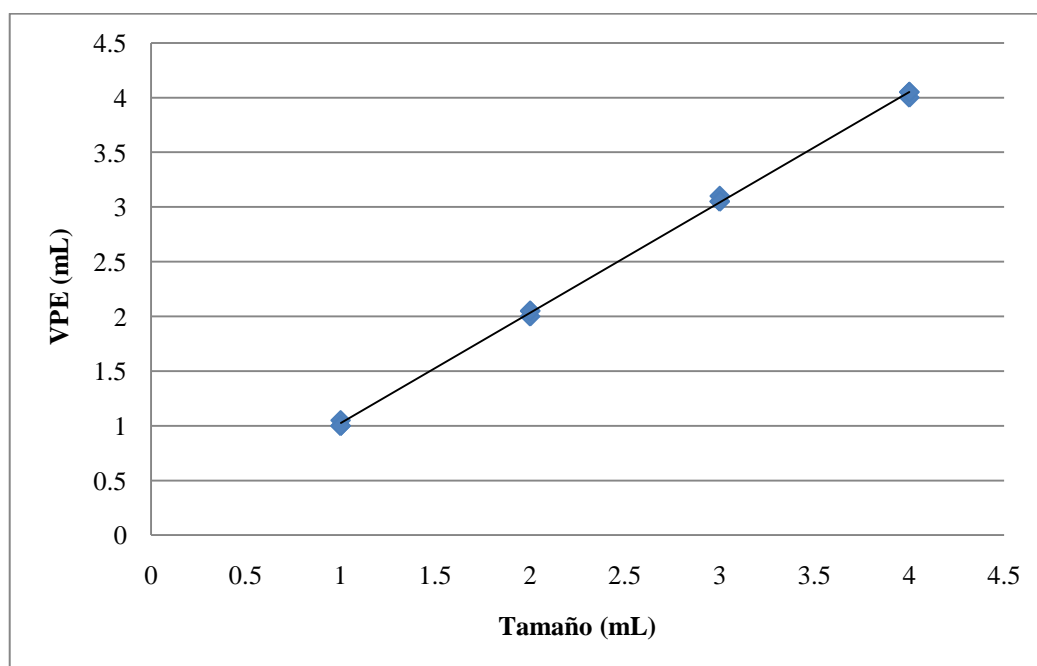


FIGURA XXXV. VPE contra tamaño de la muestra para la valoración de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N)

Ecuación de la regresión lineal:

$$y = 1.0083 x + 0.0167 \quad R^2 = 0.9994$$

Tabla 30. Valor promedio de los miligramos recuperados contra valor teórico, desviaciones y coeficiente de variación para la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA

No. De muestras	12
Valor teórico	4.6881 mg/mL
Valor promedio encontrado	4.8991 mg/mL
Desviación con el teórico	0.2109
Desviación relativa al teórico (%)	4.5000
Desviación estándar	0.0750
Coefficiente de variación (%)	1.5328

Tabla 31. Error sistemático, coeficiente de correlación y no linealidad para la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA

Error sistemático	0.0167 mL/mL
Coefficiente de correlación R^2	0.999
No linealidad	0.0094 (mg/mL) / mL

Tal como se observa en la tabla 31, el coeficiente de variación obtenido es mayor que el coeficiente de variación reportado en el análisis de precisión (1.4944%), por lo cual se concluye que los resultados se vieron afectados por el cambio de operario, sin embargo el método conservó su linealidad pues el coeficiente de correlación es mayor que 0.995.

IV. LIMITE DE DETECCIÓN

- **REDOX**

En las figura XXXVI se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas para la valoración de 1 ml de sulfato ferroso amoniacal (0.1000 N) con dicromato de potasio (0.0999 N), sulfato ferroso amoniacal (0.0100 N) con dicromato de potasio (0.0099 N) y sulfato ferroso amoniacal (0.0010 N) con dicromato de potasio (0.0009 N) respectivamente, empleando multímetro como sistema de medición

En la tabla 32 se muestran los valores promedio de los milimoles recuperados, sus desviaciones estándar y el coeficiente de variación para la valoración de series de 3, 4 y 5 alícuotas de 1 ml de sulfato ferroso amoniacal (0.0100 N) con dicromato de potasio (0.0099 N) y sulfato ferroso amoniacal (0.0010 N) con dicromato de potasio (0.0009 N), empleando multímetro como sistema de medición.

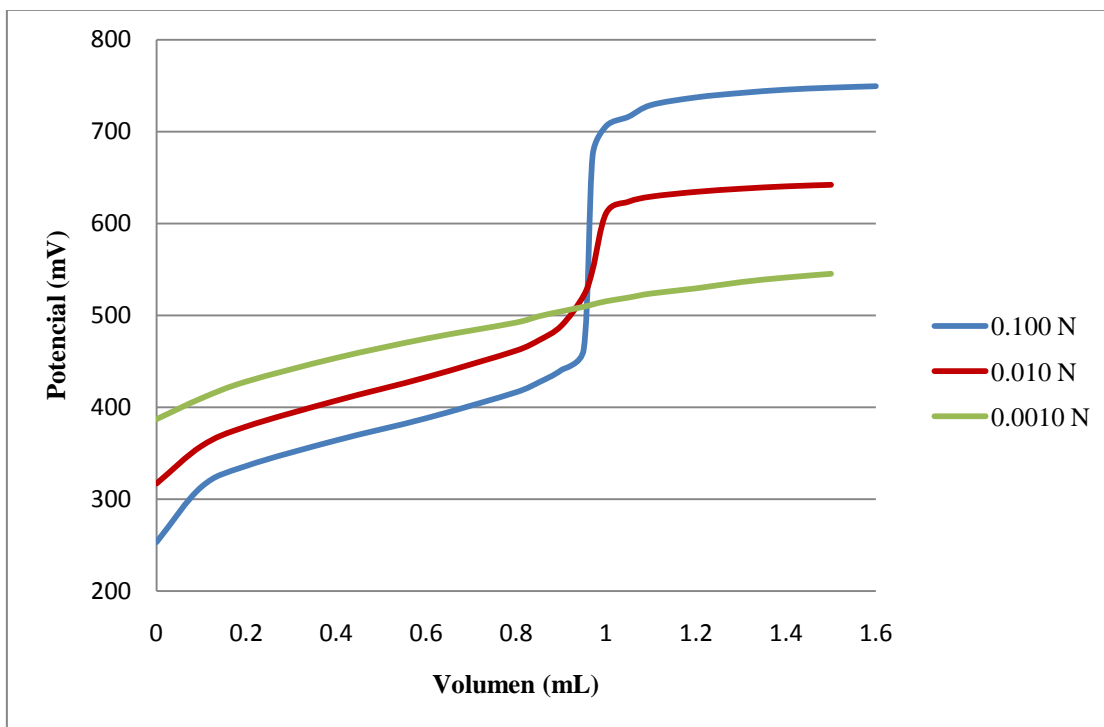


FIGURA XXXVI. Curvas promedio para la determinación del límite de detección en la valoración de 1 ml de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio. Multímetro

Tabla 32: Milimoles recuperados, desviación estándar y coeficiente de variación para la determinación del límite de detección en la valoración de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio.

No. De muestras	Valor promedio (mmol)	Desviación estándar	CV (%)
3	0.094996771	1.69967E-17	1.78919E-14
3	0.009499677	0	0
3	-----	-----	-----
4	0.094996771	0	0
4	0.009499677	0	0
4	-----	-----	-----
5	0.095396757	0.000894397	0.937554708
5	0.009599674	0.000223599	2.329237477
5	-----	-----	-----

En la determinación del límite de detección se analizaron 3 muestras con una disminución continua de concentración, obteniéndose, para las valoraciones de las dos primeras muestras, cambios de potencial apreciables en el punto de equivalencia según se muestra en la figura XXXV sin embargo en la valoración de la tercera muestra (la de menor concentración) no se observa algún aumento significativo del potencial respecto al volumen de titulante adicionado que indicara el punto de equivalencia, es por esto que la concentración de la segunda muestra es la concentración más pequeña a la cual puede llevarse a cabo el método.

- **ÁCIDO BASE**

En la figuras XXXVII se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas la valoración de alícuotas de 1 ml de ácido acético (0.0913 N) con hidróxido de sodio (0.1027 N), ácido acético (0.0091 N) con hidróxido de sodio (0.010 N) y ácido acético (0.0009 N) con hidróxido de sodio (0.0010 N) respectivamente, empleando multímetro como sistema de medición

En la tabla 33 se muestran los valores promedio de los milimoles recuperados, sus desviaciones estándar y el coeficiente de variación para la valoración de series de 3, 4 y 5 alícuotas de 1 ml ácido acético (0.0913 N) con hidróxido de sodio (0.1027 N), ácido acético (0.0091 N) con hidróxido de sodio (0.010 N) y ácido acético (0.0009 N) con hidróxido de sodio (0.0010 N), empleando multímetro como sistema de medición.

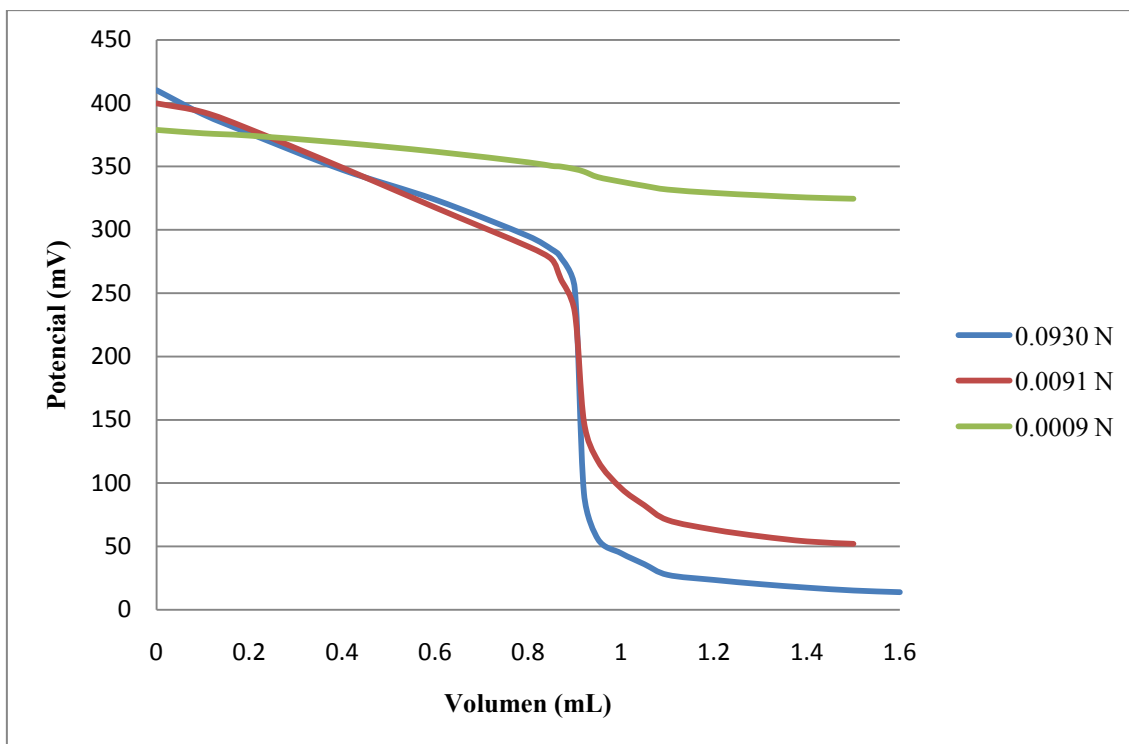


FIGURA XXXVII. Curvas promedio para la determinación del límite de detección en la valoración de 1 ml de ácido acético con hidróxido de sodio. Multímetro

Tabla 33: Milimoles recuperados, desviación estándar y coeficiente de variación para la determinación del límite de detección en la valoración de ácido acético con hidróxido de sodio.

No. De muestras	Valor promedio (mmol)	Desviación estándar	CV (%)
3	0.0925	0	0
3	0.00925	0	0
3	-----	-----	-----
4	0.093013889	0.001027778	1.104972376
4	0.009172917	0.000133512	1.45550488
4	-----	-----	-----
5	0.091883333	0.001378909	1.500716763
5	0.009291111	9.19272E-05	0.98941061
5	-----	-----	-----

En la determinación del límite de detección se analizaron 3 muestras con una disminución continua de concentración, obteniéndose, para las valoraciones de las dos primeras muestras, cambios de potencial apreciables en el punto de equivalencia según se muestra en la figura XXXVI, sin embargo en la valoración de la tercera muestra (la de menor concentración) no se observa algún aumento significativo del potencial respecto al

volumen de titulante adicionado que indicara el punto de equivalencia, es por esto que la concentración de la segunda muestra es la concentración más pequeña a la cual puede llevarse a cabo el método.

- **COMPLEJOS**

En la figura XXVIII se muestran las gráficas experimentales promedio obtenidas para la valoración de 1 ml de sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), sulfato férrico amoniacal (0.048 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0005 N) y sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0001 N) con EDTA (0.01 N), (0.005 N) y (0.001 N), respectivamente, empleando multímetro como sistema de medición

En la tabla 34 se muestran los valores promedio de los milimoles recuperados, sus desviaciones estándar y el coeficiente de variación para la valoración de series de 3, 4 y 5 alícuotas de 1 ml sulfato férrico amoniacal (0.097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N), sulfato férrico amoniacal (0.048 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0005 N) y sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0001 N) con EDTA (0.01 N), (0.005 N) y (0.001 N), empleando multímetro como sistema de medición

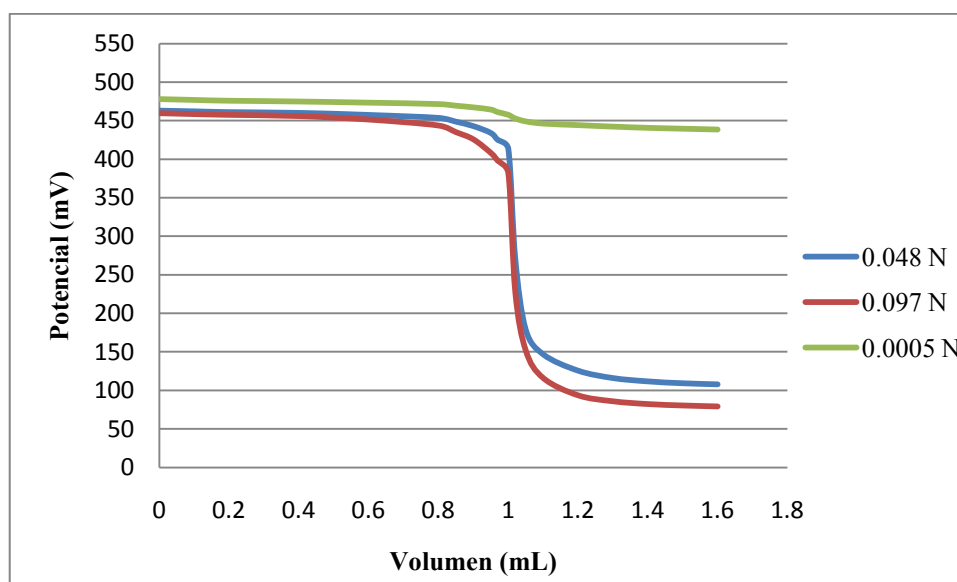


FIGURA XXXVIII. Curvas promedio para la determinación del límite de detección en la valoración de 1 ml de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA. Multímetro

Tabla 34: Milimoles recuperados, desviación estándar y coeficiente de variación para la determinación del límite de detección en la valoración de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

No. De muestras	Valor promedio (mmol)	Desviación estándar	CV (%)
3	0.0100	0.0000	0.0000
3	0.0050	0.0000	0.0000
3	-----	-----	-----
4	0.0101	0.0001	0.9950
4	0.0050	0.0001	0.9950
4	-----	-----	-----
5	0.0101	0.0001	1.0868
5	0.0051	0.0001	1.0825
5	-----	-----	-----

En la determinación de la concentración límite se analizaron 3 muestras con una disminución continua de concentración, obteniéndose, para las valoraciones de las dos primeras muestras, cambios de potencial apreciables en el punto de equivalencia según se muestra en la figura XXXVI, sin embargo en la valoración de la tercera muestra (la de menor concentración) no se observa algún aumento significativo del potencial respecto al volumen de titulante adicionado que indicara el punto de equivalencia, es por esto que la concentración de la segunda muestra es la concentración más pequeña a la cual puede llevarse a cabo el método.

CONCLUSIONES

Se logró la realización de microvaloraciones redox, y complejométricas utilizando como sistema de medición un multímetro según se puede observar en las tablas y , las cuales muestran que se acepta la hipótesis de que $H_0 = H_A$ de acuerdo a la prueba “t” de Student. Para el caso de ácido – base lo que se encontró es que $H_0 \neq H_A$ lo cual probablemente se debe a que se utilizó como electrodo indicador un electrodo de platino tratado¹² en vez del electrodo de vidrio convencional. Esto nos brinda distintas ventajas entre las cuales destaca la disminución de costos del equipo, pues el multímetro es mucho más económico que el potenciómetro; asimismo, se tiene una disminución en la generación de residuos químicos y la disminución de la toxicidad para el experimentador debido a la minimización de reactivos empleados.

Asimismo, se realizó la caracterización de los parámetros de: exactitud, precisión, linealidad, robustez, repetibilidad y límite de detección del método empleando el multímetro como sistema de medición. Los valores calculados para la exactitud y precisión varían para cada sistema analizado, sin embargo los resultados muestran que en los sistemas redox y de complejos, el método es más preciso y más exacto en comparación con el sistema de ácido – base, esto probablemente se debe a que se utilizó como electrodo indicador un electrodo de platino tratado¹² en vez del electrodo de vidrio convencional. La linealidad del método es excelente en las valoraciones de los tres sistemas, por lo cual se concluye que los resultados obtenidos no dependen del tamaño de la muestra. Los resultados obtenidos en cada sistema variaron al alterar las condiciones externas de temperatura ambiental en el laboratorio, el día de análisis y el cambio de operario, tal como se muestra en el análisis de la robustez y la repetibilidad. El límite de detección fue encontrado en base a los gráficos de potencial contra volumen de titulante adicionado, la concentración límite es aquella concentración menor en la cual aún se aprecia un salto en el potencial que indique el punto de equivalencia y es distinto para cada sistema, redox, ácido – base y complejos.

Probablemente se puedan obtener mejores resultados o bien aumentando el volumen de solución por valorar o utilizando una bureta de mayor precisión en las titulaciones (por ejemplo Multipette plus Repeater plus, Eppendorf con capacidad de hacer adiciones de 1 microlitro) ya que el utilizar una bureta de 5 mililitros limita el volumen mínimo que se puede agregar.

ANEXO 1

MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS EMPLEADOS PARA LAS MICROVALORACIONES DE ÓXIDO – REDUCCIÓN, COMPLEJOS Y ÁCIDO – BASE EMPLEANDO POTENCIÓMETROS Y MULTÍMETROS COMO SISTEMAS DE MEDICIÓN.

➤ **Material y equipo**

Cantidad	Material, Equipo	Especificaciones
1	Bureta graduada	5 ml Pyrex. Tolerancia ± 0.01 mL
3	Catéter	Accu- Chek, Ultraflex, Infusion Set, 60 cm. Ref. 04631374001 Roche.
1	Potenciómetro	Marca Oakton modelo RS 232
1	Multímetro	RadioShack Modelo 22-813
1	Alambre de Platino (electrodo indicador)	Calibre 24
1	Electrodo de Calomel (electrodo de referencia)	Marca Corning
1	Soporte universal completo	
1	Agitador magnético	10 * 5 mm
1	Barra magnética	
2	Caimán	
2	Micro-contenedor	

➤ **Reactivos**

<i>Óxido – reducción</i>			
Reactivo	Peso molecular	Pureza	Marca
Dicromato de potasio	294.14 g/mol	100%	Mallinckrodt
Sulfato ferroso amoniacal	392.158 g/mol	101.7%	J.T Baker
Cloruro de potasio	74.557 g/mol	99.7%	J.T Baker
<i>Complejos</i>			
EDTA	372.26 g/mol	100 %	J.T Baker
Sulfato ferroso amoniacal	392.158 g/mol	101.7%	J.T Baker
Sulfato férrico amoniacal	482.214 g/mol	99.102%	J.T Baker
Cloruro de potasio	74.557 g/mol	99.7%	J.T Baker
<i>Ácido - base</i>			
Hidróxido de sodio	40 g/mol	98.7%	J.T Baker
Ácido acético	60.05 g/mol	99.77% Densidad=1.05 gr/ml	J.T Baker
Cloruro de potasio	74.557 g/mol	99.7%	J.T Baker

ANEXO 2

CÁLCULOS PARA PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

PREPARACIÓN DEL PUENTE SALINO DE AGAR - AGAR

El puente salino de agar – agar se preparó poniendo a ebulir en un vaso precipitado de 100 mL, 25 mL de nitrato de potasio 0.1 M y agregando 0.25 g de agar-agar luego un tubo en U y se llena con la solución antes que ésta se enfríe; ya cuando el agar-agar se solidifica, se utiliza el tubo como puente salino.

I.- REDOX

- Dicromato de potasio

Para preparar una solución decinormal, se pulverizan aproximadamente 0.4903 gramos de dicromato de potasio y se ponen en un vidrio de reloj, el cual se lleva a la estufa, donde se deja durante dos horas a 60°C. Después de ese tiempo, se deja enfriar en un desecador. Para un solución exactamente decinormal son necesarios 0.4903 gramos de dicromato de potasio por cada 100 mL de solución; no es indispensable pesar esa cantidad, ya que de la cantidad pesada puede deducirse la normalidad. Sin embargo se recomienda preparar la solución pesando con máxima exactitud la cantidad citada y disolver hasta completar con agua a 100 mL¹³.

- Sulfato ferroso amoniacal

Para preparar una solución decinormal, se pulverizan aproximadamente 3.9000 gramos de sulfato ferroso amoniacal y se ponen en un vidrio de reloj. Para un solución exactamente decinormal son necesarios 3.9000 gramos de sulfato ferroso amoniacal por cada 100 mL de solución; no es indispensable pesar esa cantidad, ya que de la cantidad pesada puede deducirse la normalidad. Sin embargo se recomienda preparar la solución pesando con máxima exactitud la cantidad citada y disolver hasta completar con agua (5% en volumen de ácido sulfúrico) a 100 mL¹³.

II.- ÁCIDO – BASE

- Ácido acético

$$\begin{aligned} \text{mL } CH_3COOH &= 0.1 \text{ L} \times \frac{0.1 \text{ Eq.}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ mol.}}{1 \text{ Eq.}} \times \frac{60.05 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times \frac{100 \text{ g RA}}{99.77 \text{ g}} \times \frac{1 \text{ ml}}{1.05 \text{ gr}} \\ &= 0.5732 \end{aligned}$$

Para tener una solución exactamente decinormal es necesario tomar 0.5732 ml de ácido acético, sin embargo, al no disponer de pipetas volumétricas con esta capacidad, se toman 0.5 mL.

- Hidróxido de sodio

Inicialmente se dispone una solución 2 N de NaOH a partir de la cual se preparan 100 mL de solución 0.1 N tomando 5 mL de la solución 2 N y aforando con agua destilada hasta un volumen de 100 mL.

$$2 \text{ M} * \frac{5 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} = 0.1 \text{ M}$$

III.- COMPLEJOS

- Sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal

Para preparar una solución decinormal, se pulverizan aproximadamente 4.8910 gramos de sulfato férrico amoniacal y aproximadamente 0.0430 gramos de sulfato ferroso amoniacal; ambos se disuelven hasta completar a 100 mL con agua que contenga 5% en volumen de ácido sulfúrico. Para un solución exactamente decinormal son necesarios 4.8910 gramos de sulfato férrico amoniacal y 0.0430 gramos de sulfato ferroso amoniacal; no es indispensable pesar esa cantidad, sin embargo se recomienda preparar la solución pesando con máxima exactitud la cantidad citada.

- **EDTA**

Se parte de la sal disódica de EDTA, dihidratada, la cual se seca previamente a 50°-60° C y se deja enfriar en desecador. Siendo el peso molecular de esta sal 372.2, se pesan 3.72 g con exactitud y se afora en un matraz volumétrico de 100 mL. Esta solución, empleada puede considerarse como 0.1N sin peligro de errores¹³.

ANEXO 3

ESTANDARIZACIÓN DE SOLUCIONES

I.- REDOX

- Dicromato de potasio

Como se mencionó en el anexo anterior, la solución de dicromato de potasio se preparó de acuerdo a la literatura, por lo tanto se conoce la concentración real de ésta solución.

- Sulfato ferroso amoniacal

Como se mencionó en el anexo anterior, la solución de sulfato ferroso amoniacal se preparó de acuerdo a la literatura, por lo tanto se conoce la concentración real de ésta solución.

II.- ÁCIDO – BASE

- Hidróxido de sodio

La solución de hidróxido de Sodio fue estandarizada con una solución de HCl 0.1 M, llevando a cabo una valoración potenciométrica, se valoraron 3 alícuotas de 2 mL de hidróxido de sodio y en base al volumen promedio de punto de equivalencia se obtuvo la concentración real de la solución de hidróxido de sodio.

- Ácido acético

Una vez conocida la concentración del hidróxido de sodio se procedió a estandarizar la solución de ácido acético llevando a cabo una valoración potenciométrica, se valoraron 3 alícuotas de 2 mL de ácido acético, calculando su concentración real en base al volumen promedio gastado de hidróxido de sodio.

III.- COMPLEJOS

- EDTA

Como se mencionó en el anexo anterior, la solución de EDTA se preparó de acuerdo a la literatura, por lo tanto se conoce la concentración real de ésta solución.

- Sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal

Puesto que la concentración del EDTA es conocida, se procedió a estandarizar la solución de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal llevando a cabo una valoración potenciométrica, se valoraron 3 alícuotas de 2 mL de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal, calculando su concentración real en base al volumen promedio gastado de EDTA.

ANEXO 4

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS 15 VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.0988 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.0999 N.

➤ POTENCIÓMETRO

Volumen (ml)	I E (mV)	II E (mV)	III E (mV)	IV E (mV)	V E (mV)	VI E (mV)	VII E (mV)	VIII E (mV)
0	275	266	296	285	283	278	274	270
0.2	344	333	359	349	347	345	342	339
0.4	371	359	387	376	374	371	369	365
0.6	392	382	409	398	398	395	390	389
0.8	421	409	434	422	424	424	417	416
0.84	427	417	442	428	431	434	425	424
0.88	438	425	451	435	442	445	435	436
0.92	446	436	461	444	452	459	446	447
0.96	462	452	474	454	467	476	466	467
1	496	493	511	469	526	493	510	740
1.04	733	739	765	762	762	757	737	751
1.06	745	748	770	772	769	765	746	759
1.1	755	757	779	782	774	773	757	769
1.15	765	759	785	788	779	778	765	773
1.2	769	763	789	794	783	782	771	775
1.3	773	767	793	798	787	786	779	779
1.4	781	769	797	801	789	790	783	781
1.45	784	773	799	802	791	794	785	783
1.5	786	775	801	803	793	796	787	785
1.55	788	776	802	803	793	797	789	786
1.6	788	776	802	803	793	797	789	786

Volumen	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV
(ml)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	268	267	262	265	236	240	247
0.2	333	332	329	331	289	303	308
0.4	360	359	355	357	318	331	336
0.6	383	383	377	382	350	354	357
0.8	411	411	408	412	375	381	385
0.84	418	418	416	417	382	388	393
0.88	427	428	426	426	390	397	401
0.92	438	444	437	445	399	407	409
0.96	456	461	466	461	412	422	427
1	499	727	762	726	440	465	466
1.04	760	740	772	742	720	730	738
1.06	768	750	780	751	732	738	744
1.1	774	758	785	760	738	744	750
1.15	780	766	789	765	743	748	754
1.2	784	772	793	782	747	752	760
1.3	788	778	795	790	753	758	764
1.4	790	784	797	795	755	760	766
1.45	792	786	799	793	758	762	768
1.5	793	788	800	791	759	764	770
1.55	793	789	801	790	759	765	771
1.6	793	789	801	790	761	765	772

➤ **MULTIMETRO**

Volumen	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	199	200	198	197	196	195	194	194
0.2	274	273	273	272	272	271	269	268
0.4	303	300	300	299	297	297	296	296
0.6	325	323	323	321	319	319	313	318
0.8	342	340	348	346	344	344	338	344
0.84	357	354	356	354	350	349	344	350
0.88	369	363	363	362	360	359	350	360
0.92	378	372	372	372	367	369	358	372
0.96	387	385	386	385	379	382	368	388
1	411	408	418	412	400	411	384	432
1.04	630	626	643	641	611	652	415	662
1.06	643	638	651	650	629	659	584	668
1.08	654	648	657	655	646	667	614	672
1.1	659	653	660	660	652	671	630	677
1.15	670	662	668	667	663	677	653	682
1.2	672	667	674	674	671	682	659	688
1.25	679	672	678	678	676	685	668	691
1.3	681	676	681	682	680	688	672	693
1.4	684	679	684	685	684	692	679	696
1.45	686	681	686	687	686	693	683	698
1.5	688	682	687	688	688	694	684	699
1.55	689	683	688	689	689	694	686	700
1.6	689	683	688	690	689	694	687	700

Volumen	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	195	199	190	192	192	191	192
0.2	269	270	254	261	262	262	261
0.4	297	317	281	287	288	288	287
0.6	319	340	303	305	309	312	308
0.8	345	366	329	330	337	338	332
0.84	356	374	336	336	349	346	347
0.88	364	383	345	344	360	354	356
0.92	374	393	355	351	366	365	364
0.96	386	408	369	361	378	383	378
1	417	445	404	376	415	436	429
1.04	658	672	634	408	635	654	645
1.06	665	680	642	588	648	659	658
1.08	669	687	647	612	656	665	663
1.1	674	691	652	622	662	668	667
1.15	678	699	658	637	670	675	673
1.2	683	706	663	650	674	678	679
1.25	687	711	666	658	678	682	682
1.3	689	714	668	663	680	685	684
1.4	691	716	670	668	683	688	686
1.45	692	719	673	672	685	690	688
1.5	693	721	674	674	686	691	690
1.55	693	721	675	674	687	692	691
1.6	693	721	676	675	687	693	691

ANEXO 5

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS 5 VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.001 N CON EDTA 0.01 M.

➤ POTENCIÓMETRO

Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	465	463	464	462	466
0.1	464	462	463	461	465
0.2	463	461	462	460	464
0.4	459	460	460	458	460
0.6	455	454	458	454	456
0.8	449	448	452	450	450
0.85	444	443	447	443	445
0.9	438	437	440	438	439
0.95	429	426	430	428	430
0.97	424	420	425	425	425
1	399	200	405	397	400
1.02	180	120	185	182	175
1.05	109	99	113	110	110
1.1	86	85	91	89	88
1.2	74	72	80	76	77
1.3	66	68	71	68	65
1.4	59	60	65	61	60
1.5	55	55	60	57	57
1.6	54	54	59	56	56

MULTIMETRO

Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	454	453	460	464	466
0.1	453	452	459	463	465
0.2	452	451	458	462	464
0.4	447	446	453	458	460
0.6	440	439	446	452	456
0.8	432	431	439	445	450
0.85	426	425	428	438	445
0.9	415	414	420	432	439
0.95	397	395	400	409	430
0.97	388	386	389	395	425
1	376	374	378	375	400
1.02	184	182	180	350	382
1.05	140	138	140	143	175
1.1	100	102	108	95	110
1.2	83	85	89	79	88
1.3	78	76	80	67	77
1.4	75	74	77	60	69
1.5	74	72	74	56	65
1.6	73	71	72	55	64

ANEXO 6

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS 15 VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO 0.0729 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.0972 N.

➤ POTENCIÓMETRO

Volumen	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	356	357	350	352	350	350	342	352
0.1	345	352	338	337	331	340	317	326
0.2	333	333	325	320	311	322	295	310
0.3	321	315	309	306	293	306	280	291
0.4	308	297	292	290	276	290	266	270
0.5	296	282	276	274	260	270	252	258
0.6	278	261	256	256	239	251	234	243
0.7	244	237	233	228	212	227	208	223
0.75	213	211	210	196	186	193	176	178
0.8	85	158	139	118	98	110	104	117
0.85	32	63	51	29	21	42	39	49
0.9	17	36	20	12	-6	12	10	13
0.95	5	20	6	1	-20	-2	-1.3	-7
1	-5	14	-6	-3	-27	-9	-6	-15
1.1	-14	6	-13	-12	-33	-20	-17	-21
1.2	-21	-1.5	-21	-20	-37	-23	-25	-26
1.3	-24	-3	-23	-25	-38	-24	-26	-29

Volumen	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	322	355	355	353	379	356	355
0.1	318	344	344	328	361	346	343
0.2	304	332	322	312	341	328	325
0.3	292	318	307	292	322	309	309
0.4	279	303	291	274	304	292	291
0.5	263	287	275	261	284	272	274
0.6	242	275	259	242	261	254	259
0.7	221	240	237	220	225	236	237
0.75	157	211	225	170	193	225	224
0.8	65	112	154	115	177	156	156
0.85	39	50	90	53	91	87	86
0.9	13	27	47	15	60	45	43
0.95	7	15	20	-6	32	17	19
1	0	9	8	-13	7	7	7
1.1	-8	-12	-7	-20	0	-5	-7
1.2	-14	-21	-17	-23	-6	-16	-15
1.3	-20	-25	-26	-26	-12	-23	-23

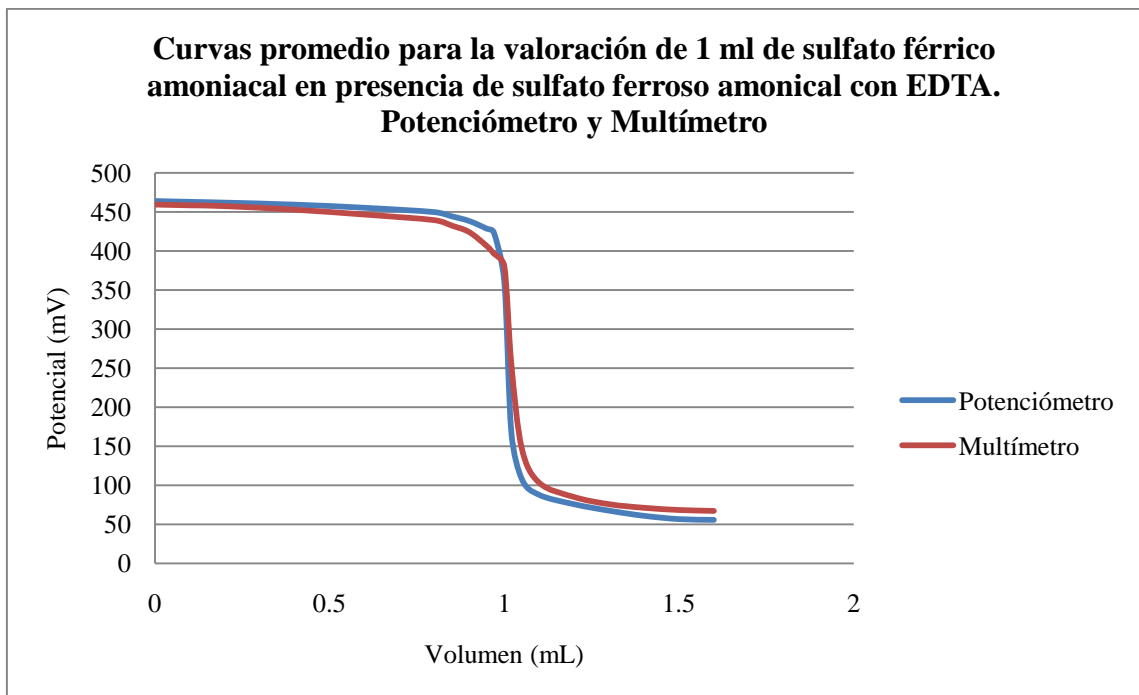
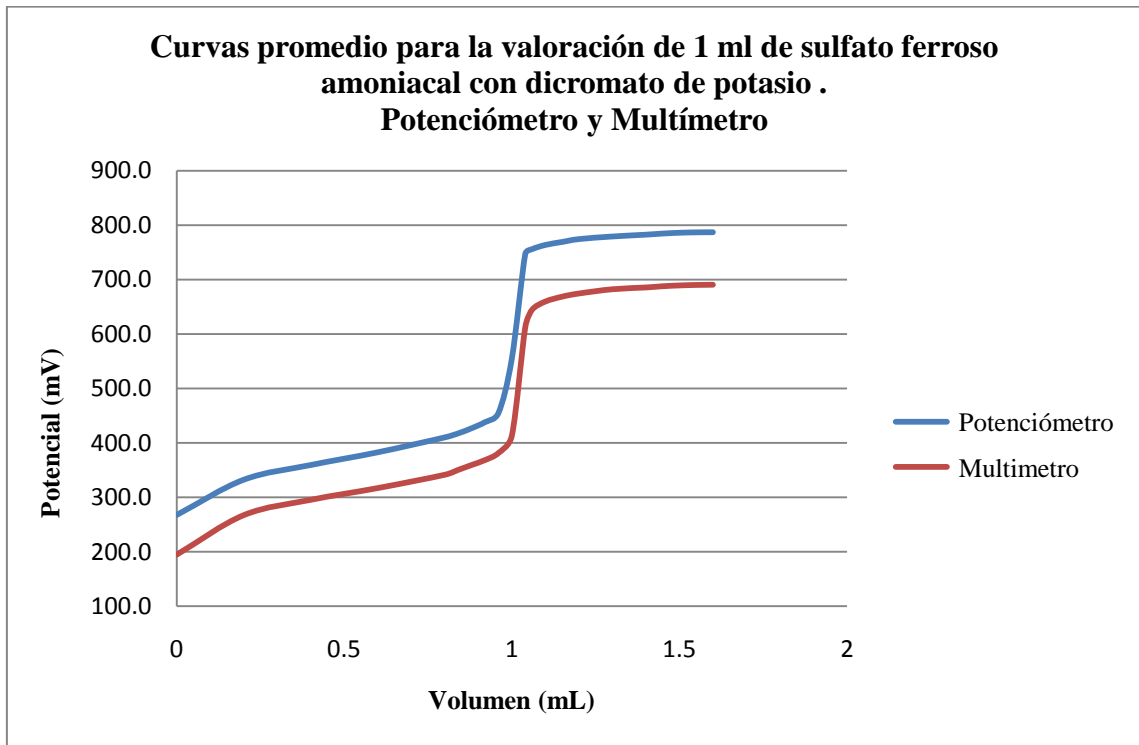
➤ **MULTIMETRO**

Volumen	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	297	283	298	294	298	280	290	293
0.1	280	268	290	288	286	267	275	286
0.2	266	253	278	276	276	251	262	270
0.3	256	243	265	263	266	237	251	256
0.4	246	234	253	251	256	225	242	245
0.5	235	225	244	243	245	215	232	235
0.6	221	216	225	227	225	206	222	222
0.7	200	199	201	202	199	191	196	193
0.75	156	150	154	170	153	152	151	147
0.8	111	108	109	134	100	112	119	115
0.85	72	67	72	96	84	83	96	92
0.9	57	55	58	70	75	73	86	82
0.95	50	51	53	64	65	68	82	78
1	47	48	48	60	58	65	78	74
1.1	45	45	46	57	56	62	76	72
1.2	43	44	44	54	54	60	74	70
1.3	42	43	42	53	52	58	72	68

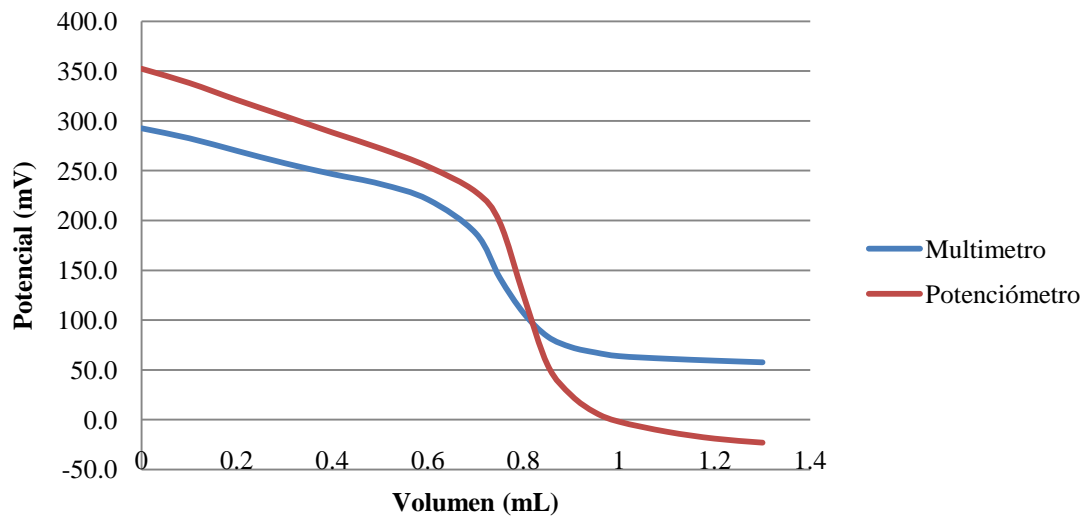
Volumen	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	290	298	297	295	287	305	285
0.1	278	295	294	290	275	290	277
0.2	262	283	282	285	257	282	266
0.3	247	273	268	266	245	270	257
0.4	236	259	256	254	232	263	247
0.5	226	248	246	250	217	253	236
0.6	212	229	227	220	199	240	223
0.7	183	181	170	163	157	190	179
0.75	120	134	123	120	129	146	130
0.8	93	110	98	90	82	118	103
0.85	80	90	89	75	65	97	92
0.9	74	80	84	64	55	89	87
0.95	70	76	82	52	50	85	84
1	68	74	80	48	43	83	81
1.1	65	72	77	46	37	81	79
1.2	63	70	75	44	36	79	77
1.3	61	68	74	42	34	77	76

ANEXO 7

COMPARACIÓN DE LAS CURVAS PROMEDIO PARA LAS VALORACIONES DE ÓXIDO – REDUCCIÓN. COMPLEJOS Y ÁCIDO BASE EMPLEANDO POTENCIÓMETRO Y MULTÍMETRO COMO SISTEMAS DE MEDICIÓN



**Curvas promedio para la valoración de 1 mL de ácido acético
con hidróxido de sodio.
Potenciómetro y Multímetro**



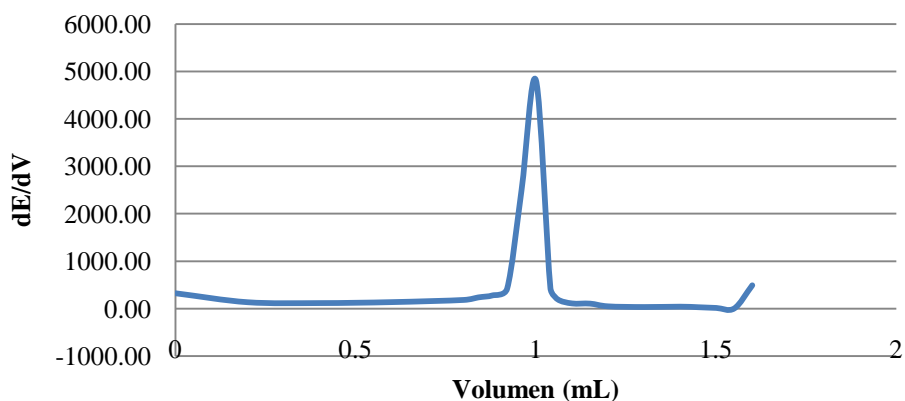
ANEXO 8

CÁLCULO DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL CON DICROMATO DE POTASIO MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA

➤ POTENCIÓMETRO

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.2	267.47	36.44	323.67
0.2	0.2	332.20	38.86	135.00
0.4	0.2	359.20	38.39	117.00
0.6	0.2	382.60	37.07	137.00
0.8	0.04	410.00	36.95	183.33
0.84	0.04	417.33	37.09	236.67
0.88	0.04	426.80	37.74	280.00
0.92	0.04	438.00	38.56	421.67
0.96	0.04	454.87	39.25	2500.00
1	0.04	554.87	137.00	4808.33
1.04	0.02	747.20	35.16	430.00
1.06	0.04	755.80	34.19	196.67
1.1	0.05	763.67	34.14	109.33
1.15	0.05	769.13	34.23	105.33
1.2	0.1	774.40	34.30	48.00
1.3	0.1	779.20	33.76	33.33
1.4	0.05	782.53	34.14	41.33
1.45	0.05	784.60	33.64	29.33
1.5	0.05	786.07	33.44	14.67
1.55	0.05	786.80	33.40	4.00
1.6	-1.6	787.00	33.02	491.88

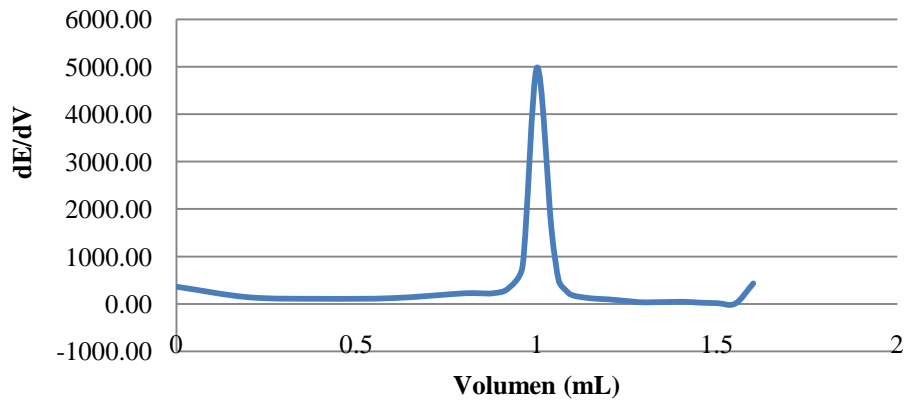
Punto de equivalencia para la curva promedio de la valoración de 1 mL de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio. Potenciómetro



➤ **MULTIMETRO**

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.2	194.93	23.17	362.33
0.2	0.2	267.40	25.94	140.67
0.4	0.2	295.53	28.64	108.00
0.6	0.2	317.13	29.33	122.00
0.8	0.04	341.53	28.94	225.00
0.84	0.04	350.53	29.18	223.33
0.88	0.04	359.47	29.55	226.67
0.92	0.04	368.53	30.03	325.00
0.96	0.04	381.53	30.80	791.67
1	0.04	413.20	38.34	4980.00
1.04	0.02	612.40	102.99	1586.67
1.06	0.02	644.13	46.81	500.00
1.08	0.02	654.13	39.88	286.67
1.1	0.05	659.87	37.33	178.67
1.15	0.05	668.80	34.04	117.33
1.2	0.05	674.67	33.05	94.67
1.25	0.05	679.40	32.18	60.00
1.3	0.1	682.40	31.78	32.67
1.4	0.05	685.67	31.22	45.33
1.45	0.05	687.93	30.96	26.67
1.5	0.05	689.27	31.05	16.00
1.55	0.05	690.07	30.87	6.67
1.6	-1.6	690.40	30.65	431.50

Punto de equivalencia para la curva promedio de la valoración de 1 ml de sulfato ferroso amoniacal con dicromato de potasio. Multímetro

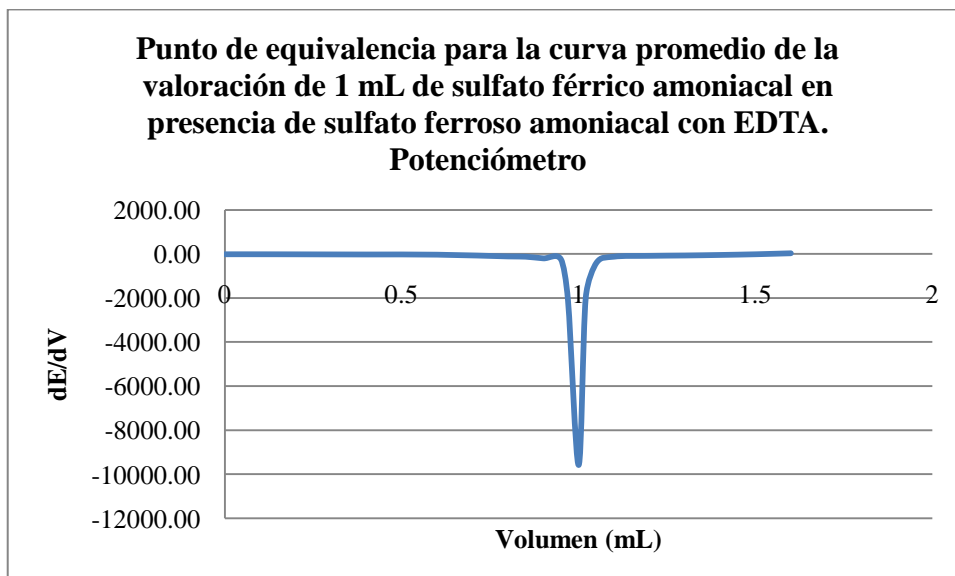


ANEXO 9

CÁLCULO DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL CON EDTA MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA

➤ POTENCIÓMETRO

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.1	464.00	21.58	-10.00
0.1	0.1	463.00	21.58	-10.00
0.2	0.2	462.00	21.58	-13.00
0.4	0.2	459.40	20.89	-20.00
0.6	0.2	455.40	21.67	-28.00
0.8	0.05	449.80	21.48	-108.00
0.85	0.05	444.40	21.67	-120.00
0.9	0.05	438.40	21.14	-196.00
0.95	0.02	428.60	21.67	-240.00
0.97	0.03	423.80	22.17	-2120.00
1	0.02	360.20	109.60	-9590.00
1.02	0.03	168.40	47.30	-2006.67
1.05	0.05	108.20	25.36	-408.00
1.1	0.1	87.80	22.39	-120.00
1.2	0.1	75.80	23.03	-82.00
1.3	0.1	67.60	22.30	-66.00
1.4	0.1	61.00	22.35	-42.00
1.5	0.1	56.80	22.05	-10.00
1.6	-1.6	55.80	22.05	34.88

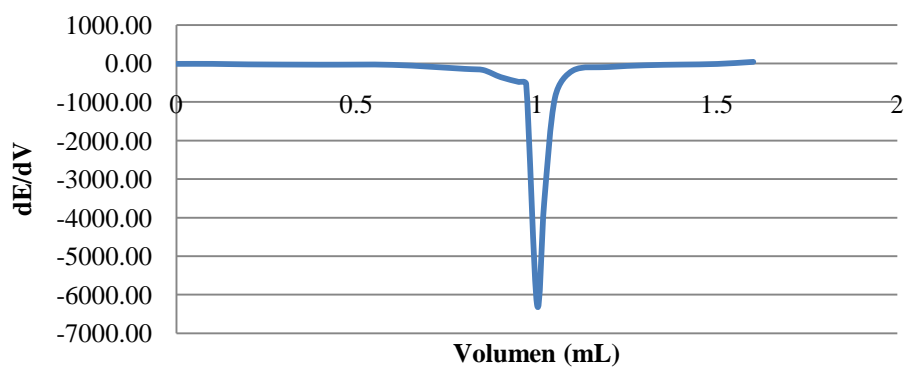


➤ **MULTÍMETRO**

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.1	459.40	25.81	-10.00
0.1	0.1	458.40	25.81	-10.00
0.2	0.2	457.40	25.81	-23.00
0.4	0.2	452.80	26.30	-31.00
0.6	0.2	446.60	27.40	-36.00
0.8	0.05	439.40	28.20	-140.00
0.85	0.05	432.40	28.73	-168.00
0.9	0.05	424.00	31.02	-356.00
0.95	0.02	406.20	34.34	-480.00
0.97	0.03	396.60	36.23	-533.33
1	0.02	380.60	30.95	-6250.00
1.02	0.03	255.60	121.42	-3613.33
1.05	0.05	147.20	35.64	-884.00
1.1	0.1	103.00	26.08	-182.00
1.2	0.1	84.80	24.02	-92.00
1.3	0.1	75.60	25.03	-46.00
1.4	0.1	71.00	26.82	-28.00
1.5	0.1	68.20	27.76	-12.00
1.6	-1.6	67.00	27.58	41.88

Punto de equivalencia para la curva promedio de la valoración de 1 mL de sulfato férrico amoniacal en presencia de sulfato ferroso amoniacal con EDTA.

Multímetro

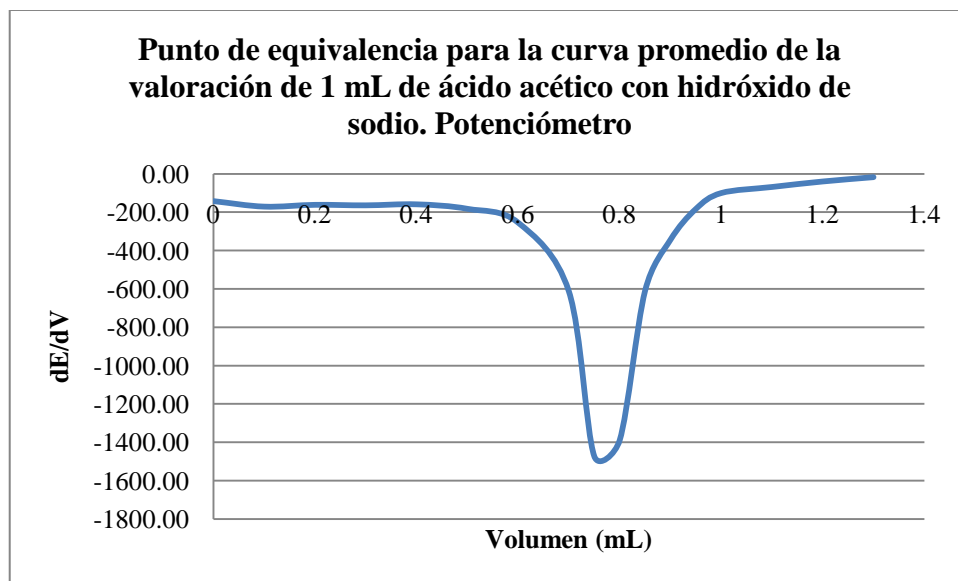


ANEXO 10

CÁLCULO DEL PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO CON HIDRÓXIDO DE SODIO MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA

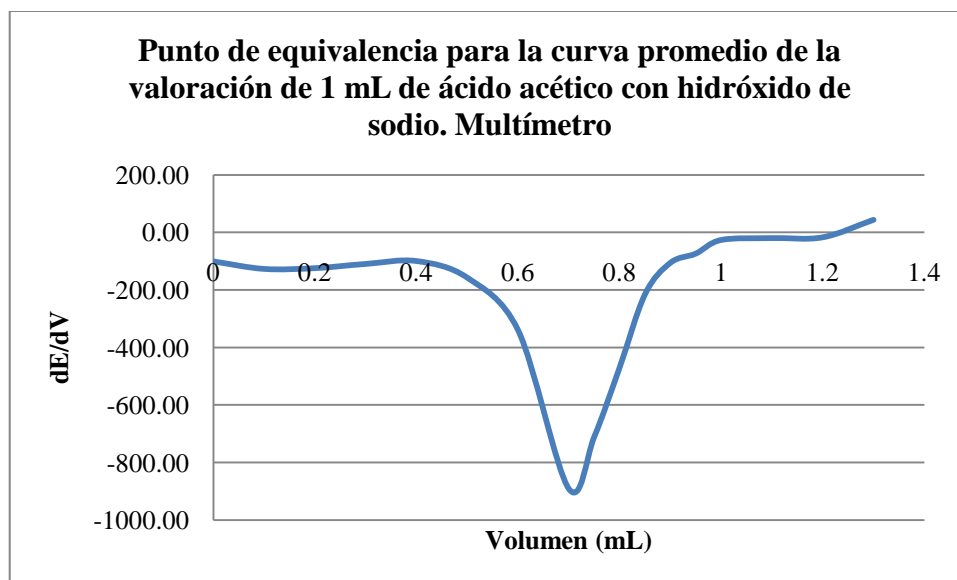
➤ POTENCIÓMETRO

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.1	352.27	31.42	-142.67
0.1	0.1	338.00	32.17	-171.33
0.2	0.1	320.87	32.42	-162.00
0.3	0.1	304.67	32.45	-164.67
0.4	0.1	288.20	32.67	-159.33
0.5	0.1	272.27	32.02	-182.67
0.6	0.1	254.00	32.58	-254.67
0.7	0.05	228.53	30.46	-613.33
0.75	0.05	197.87	41.36	-1472.00
0.8	0.05	124.27	51.31	-1389.33
0.85	0.05	54.80	43.44	-610.67
0.9	0.05	24.27	38.03	-344.40
0.95	0.05	7.05	33.51	-183.60
1	0.1	-2.13	31.12	-100.67
1.1	0.1	-12.20	29.50	-69.00
1.2	0.1	-19.10	28.38	-40.33
1.3	-1.3	-23.13	27.69	-17.79



➤ **MULTÍMETRO**

Vol. (mL)	dV	E promedio (mV)	DESVESTA +20	dE/dV
0	0.1	292.67	26.77	-100.67
0.1	0.1	282.60	28.99	-126.67
0.2	0.1	269.93	31.33	-124.00
0.3	0.1	257.53	30.96	-109.33
0.4	0.1	246.60	30.99	-99.33
0.5	0.1	236.67	31.82	-157.33
0.6	0.1	220.93	29.82	-340.00
0.7	0.05	186.93	34.39	-892.00
0.75	0.05	142.33	35.20	-710.67
0.8	0.05	106.80	33.01	-469.33
0.85	0.05	83.33	30.94	-214.67
0.9	0.05	72.60	32.23	-105.33
0.95	0.05	67.33	33.47	-73.33
1	0.1	63.67	34.31	-26.00
1.1	0.1	61.07	34.74	-19.33
1.2	0.1	59.13	34.57	-16.67
1.3	-1.3	57.47	34.57	44.21



VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS DE MICROVALORACIÓN DE SISTEMAS ÓXIDO – REDUCCIÓN, ÁCIDO – BASE Y COMPLEJOS EMPLEANDO MULTÍMETRO COMO SISTEMA DE MEDICIÓN.

ANEXO 11

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N PARA LA PRUEBA DE EXACTITUD

- **Alicuotas de 1 mL**

Volumen mL	I E (mV)	II E (mV)	III E (mV)
0	264	274	270
0.1	359	350	350
0.2	382	375	372
0.4	411	403	402
0.6	435	427	425
0.8	463	454	453
0.85	473	462	461
0.9	486	475	474
0.95	504	491	493
1	551	532	540
1.05	655	675	680
1.1	666	689	689
1.2	675	696	696
1.3	686	704	701
1.4	692	713	706
1.5	698	717	710
1.6	701	721	713

- **Alicuotas de 2 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	262	264	273
0.2	348	345	344
0.4	370	368	369
0.6	386	384	384
0.8	399	397	398
1	411	409	410
1.2	423	421	423
1.4	436	434	436
1.6	451	449	451
1.8	474	472	474
1.85	483	481	483
1.9	496	492	497
1.95	518	517	522
2	679	676	697
2.05	688	686	708
2.1	694	693	715
2.15	698	699	710
2.2	702	702	714
2.3	707	708	719
2.4	711	712	722
2.5	714	715	724
2.6	716	716	726

- **Alicuotas de 3 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	269	270	272
0.3	340	346	346
0.6	365	368	368
0.9	381	383	384
1.2	394	396	397
1.5	406	408	409
1.8	418	420	422
2.1	431	434	435
2.4	447	451	452
2.7	470	478	481
2.75	476	486	489
2.8	483	497	502
2.85	492	514	525
2.9	506	570	574
2.95	538	693	690
3	690	698	696
3.05	693	706	704
3.1	699	712	713
3.3	714	722	724
3.5	722	729	731
3.7	728	732	735

- **Alícuotas de 4 mL**

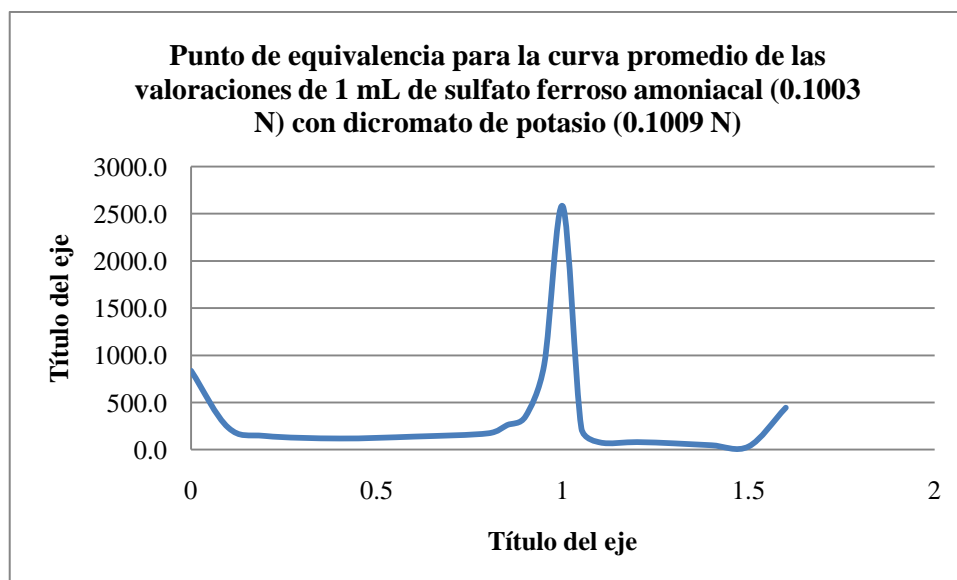
Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	271	276	274
0.4	345	347	346
0.8	368	369	368
1.2	383	384	384
1.6	396	398	397
2	408	410	410
2.4	421	423	422
2.8	434	437	435
3.2	450	454	452
3.6	475	484	480
3.8	502	499	517
3.85	516	513	550
3.9	541	532	696
3.95	694	689	714
4	706	703	724
4.1	718	718	733
4.3	733	735	740
4.6	739	739	745

ANEXO 12

CÁLCULO DE LOS VOLÚMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONIACAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N PARA LA PRUEBA DE EXACTITUD

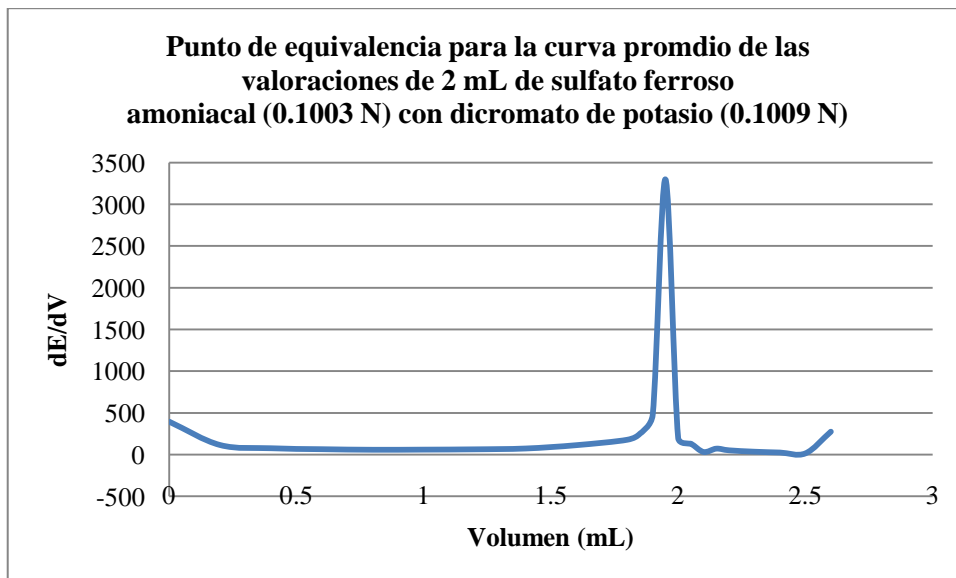
- Alícuotas de 1 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	269.3	25.0	836.7
0.1	0.1	353.0	25.2	233.3
0.2	0.2	376.3	25.1	145.0
0.4	0.2	405.3	24.9	118.3
0.6	0.2	429.0	25.3	138.3
0.8	0.05	456.7	25.5	173.3
0.85	0.05	465.3	26.7	260.0
0.9	0.05	478.3	26.7	353.3
0.95	0.05	496.0	27.0	900.0
1	0.05	541.0	29.5	2580.0
1.05	0.05	670.0	33.2	226.7
1.1	0.1	681.3	33.3	76.7
1.2	0.1	689.0	32.1	80.0
1.3	0.1	697.0	29.6	66.7
1.4	0.1	703.7	30.7	46.7
1.5	0.1	708.3	29.6	33.3
1.6	-1.6	711.7	30.1	444.8



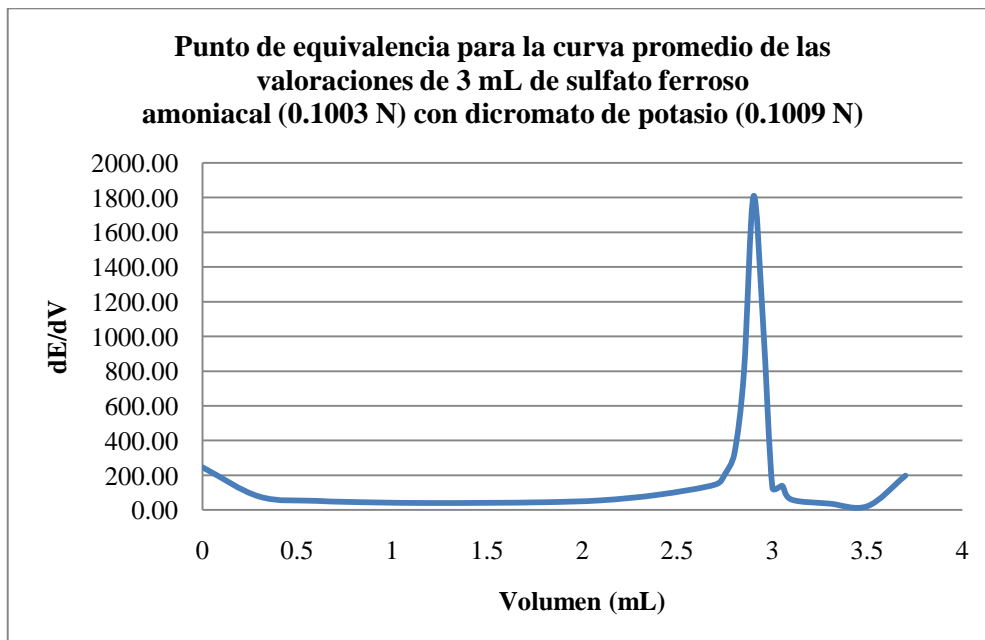
- Alícuotas de 2 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	266.3	25.9	396.7
0.2	0.2	345.7	22.1	116.7
0.4	0.2	369.0	21.0	78.33
0.6	0.2	384.7	21.2	66.67
0.8	0.2	398.0	21.0	60
1	0.2	410.0	21.0	61.67
1.2	0.2	422.3	21.2	65
1.4	0.2	435.3	21.2	75
1.6	0.2	450.3	21.2	115
1.8	0.05	473.3	21.2	180
1.85	0.05	482.3	21.2	253.3
1.9	0.05	495.0	22.6	480
1.95	0.05	519.0	22.6	3300
2	0.05	684.0	31.4	200
2.05	0.05	694.0	32.2	133.3
2.1	0.05	700.7	32.4	33.33
2.15	0.05	702.3	26.7	73.33
2.2	0.1	706.0	26.9	53.33
2.3	0.1	711.3	26.7	36.67
2.4	0.1	715.0	26.1	26.67
2.5	0.1	717.7	25.5	16.67
2.6	-2.6	719.3	25.8	276.7



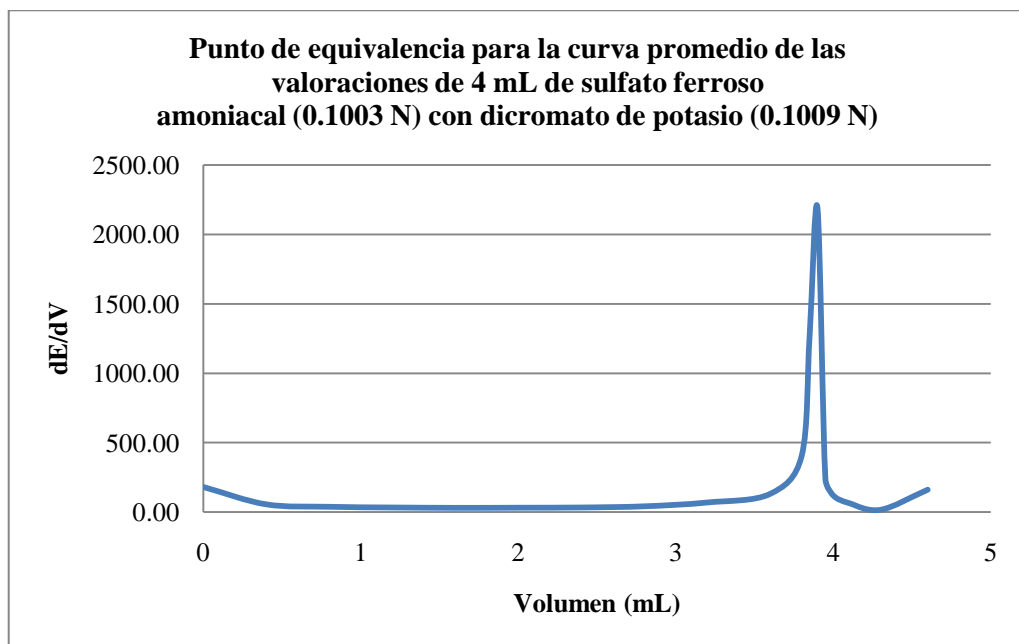
- **Alícuotas de 3 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.30	270.33	21.5	245.56
0.3	0.30	344.00	23.5	76.67
0.6	0.30	367.00	21.7	52.22
0.9	0.30	382.67	21.5	43.33
1.2	0.30	395.67	21.5	40.00
1.5	0.30	407.67	21.5	41.11
1.8	0.30	420.00	22.0	44.44
2.1	0.30	433.33	22.1	55.56
2.4	0.30	450.00	22.6	87.78
2.7	0.05	476.33	25.7	146.67
2.75	0.05	483.67	26.8	206.67
2.8	0.05	494.00	29.8	326.67
2.85	0.05	510.33	36.8	793.33
2.9	0.05	550.00	58.2	1806.67
2.95	0.05	640.33	108.6	1086.67
3	0.05	694.67	24.2	126.67
3.05	0.05	701.00	27.0	140.00
3.1	0.20	708.00	27.8	60.00
3.3	0.20	720.00	25.3	36.67
3.5	0.20	727.33	24.7	21.67
3.7	-3.70	731.67	23.5	197.75



- Alícuotas de 4 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.40	273.67	22.5	180.83
0.4	0.4	346.00	21.0	55.83
0.8	0.4	368.33	20.6	38.33
1.2	0.4	383.67	20.6	33.33
1.6	0.4	397.00	21.0	30.83
2	0.4	409.33	21.2	31.67
2.4	0.4	422.00	21.0	33.33
2.8	0.4	435.33	21.5	41.67
3.2	0.4	452.00	22.0	69.17
3.6	0.2	479.67	24.5	131.67
3.8	0.05	506.00	29.6	406.67
3.85	0.05	526.33	40.6	1266.67
3.9	0.05	589.67	112.2	2186.67
3.95	0.05	699.00	33.2	240.00
4	0.1	711.00	31.4	120.00
4.1	0.2	723.00	28.7	65.00
4.3	0.3	736.00	23.6	16.67
4.6	-4.6	741.00	23.5	161.09



ANEXO 13

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N PARA LA PRUEBA DE ROBUSTEZ

Dia 1					
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	264	274	270	273	267
0.1	359	350	350	351	357
0.2	382	375	372	374	381
0.4	411	403	402	402	410
0.6	435	427	425	426	433
0.8	463	454	453	454	460
0.85	473	462	461	461	470
0.9	486	475	474	473	483
0.95	512	496	498	499	500
0.97	535	500	502	506	508
1	685	532	540	537	540
1.05	692	675	680	678	677
1.1	699	689	689	691	693
1.2	705	696	696	698	700
1.3	710	704	701	704	707
1.4	712	713	706	709	711
1.5	713	717	710	711	703

Dia 2					
Vol mL	I E(mV)	II E(mV)	III E(mV)	IV E(mV)	V E(mV)
0	276	277	280	278	284
0.1	338	342	345	342	344
0.2	360	363	365	363	365
0.3	374	378	380	379	380
0.4	387	391	393	391	392
0.6	411	416	417	414	416
0.7	423	429	430	427	429
0.8	438	445	446	444	445
0.85	447	456	456	455	455
0.9	459	472	471	467	468
0.95	476	509	499	490	492
1	534	715	718	721	726
1.05	718	732	730	747	744
1.1	730	743	753	759	756
1.2	740	753	763	772	774
1.3	750	759	768	777	780
1.4	757	763	772	780	785
1.5	760	766	775	782	788

DIA 3					
Vol. mL	I	II	III	IV	V
0	270	272	275	280	278
0.1	323	328	334	339	336
0.2	346	350	356	359	358
0.4	375	379	385	386	386
0.6	399	402	410	409	408
0.8	426	430	438	433	436
0.85	435	440	448	447	448
0.9	448	452	462	452	454
0.95	466	471	483	466	466
1	689	693	703	492	698
1.05	716	717	726	724	720
1.1	728	727	736	740	732
1.2	740	734	747	753	745
1.3	750	742	755	762	759
1.4	755	748	759	767	765
1.5	760	752	761	770	769

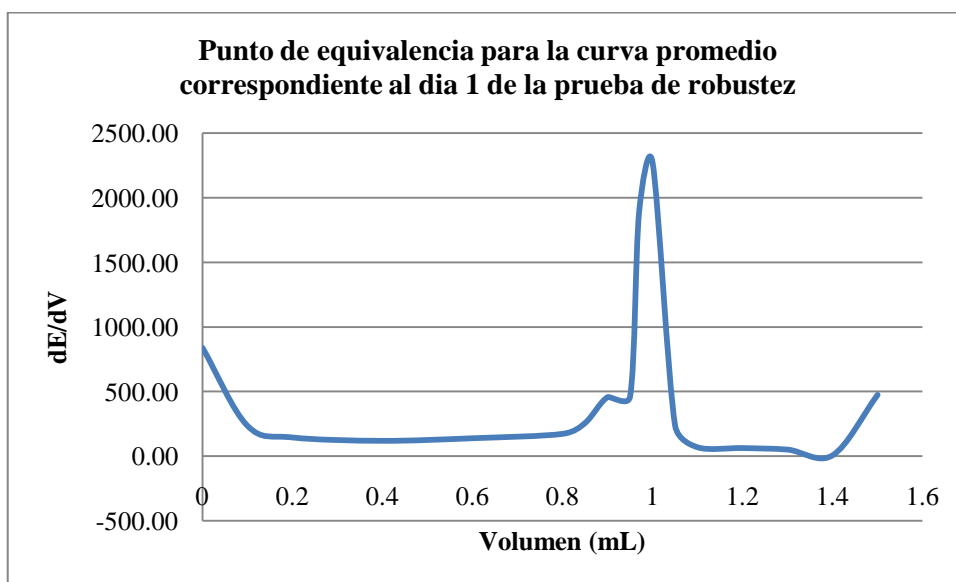
DIA 4					
Vol. mL	I	II	III	IV	V
0	237	247	250	248	251
0.1	297	301	303	305	305
0.2	320	322	325	327	326
0.4	347	349	353	354	350
0.6	371	373	377	378	376
0.8	399	400	405	406	405
0.85	409	409	415	416	416
0.9	422	420	428	430	429
0.95	443	436	451	450	450
1	654	484	660	664	661
1.05	670	665	679	675	673
1.1	680	680	691	686	690
1.2	691	694	704	702	704
1.3	698	704	711	712	710
1.4	702	711	715	716	714
1.5	705	714	717	718	717

DIA 6					
Vol. mL	I	II	III	IV	V
0	260	265	270	266	268
0.1	307	306	310	312	314
0.2	329	328	331	332	333
0.4	356	356	358	360	361
0.6	379	379	382	383	385
0.8	407	406	410	412	414
0.85	416	416	420	422	423
0.9	428	428	434	435	436
0.95	450	447	457	459	561
1	625	630	662	680	678
1.05	644	661	680	700	699
1.1	654	676	690	711	708
1.2	670	690	702	721	717
1.3	684	700	709	728	723
1.4	686	706	714	730	728
1.5	688	708	716	732	730

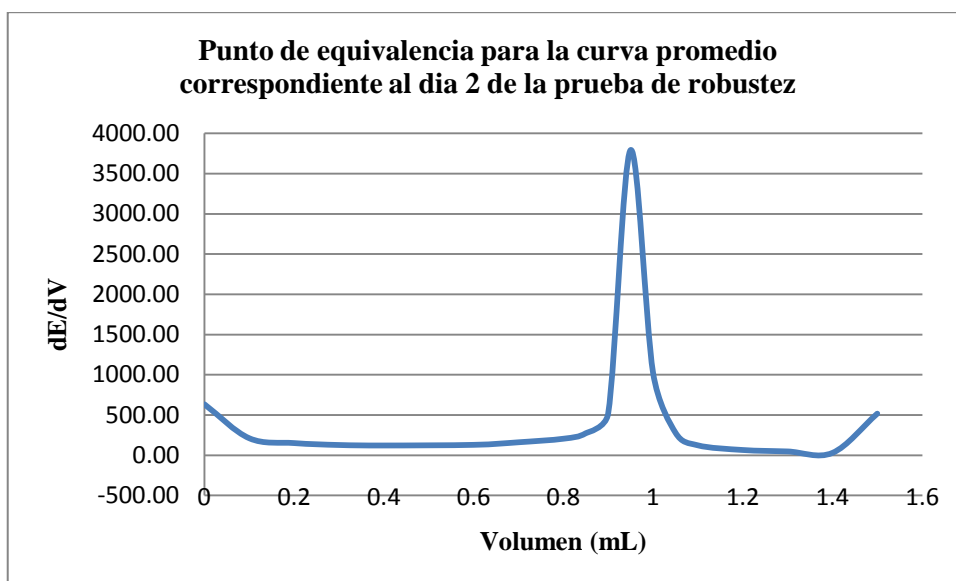
ANEXO 14

CÁLCULO DE LOS VOLUMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONIA CAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N DE LA PRUEBA DE ROBUSTEZ

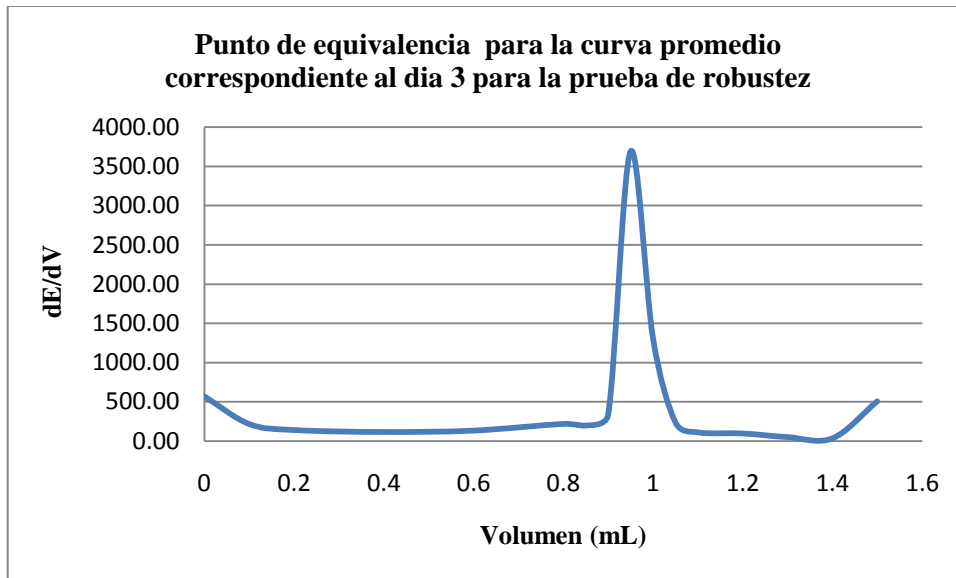
Dia 1				
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	269.60	24.2	838.00
0.1	0.1	353.40	24.3	234.00
0.2	0.2	376.80	24.4	144.00
0.4	0.2	405.60	24.5	118.00
0.6	0.2	429.20	24.5	138.00
0.8	0.05	456.80	24.4	172.00
0.85	0.05	465.40	25.7	256.00
0.9	0.05	478.20	25.9	456.00
0.95	0.02	501.00	26.3	460.00
0.97	0.03	510.20	34.2	1886.67
1	0.05	566.80	86.2	2272.00
1.05	0.05	680.40	26.7	236.00
1.1	0.1	692.20	24.1	68.00
1.2	0.1	699.00	23.7	62.00
1.3	0.1	705.20	23.4	50.00
1.4	0.1	710.20	22.8	6.00
1.5	-1.5	710.80	25.1	473.87



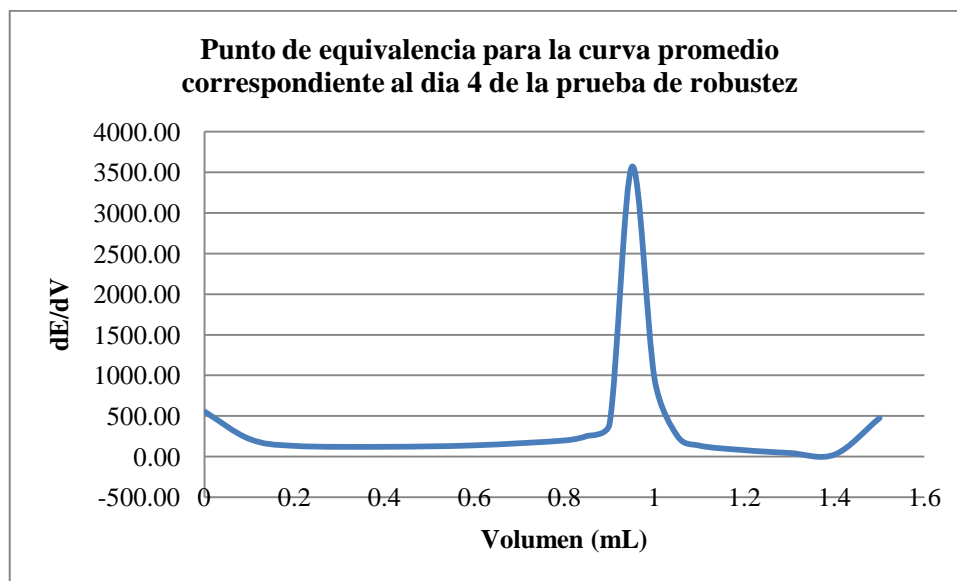
Dia 2				
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.10	279.00	23.2	632.00
0.1	0.1	342.20	22.7	210.00
0.2	0.1	363.20	22.0	150.00
0.3	0.1	378.20	22.5	126.00
0.4	0.2	390.80	22.3	120.00
0.6	0.1	414.80	22.4	128.00
0.7	0.1	427.60	22.8	160.00
0.8	0.05	443.60	23.2	204.00
0.85	0.05	453.80	23.8	272.00
0.9	0.05	467.40	25.1	516.00
0.95	0.05	493.20	32.2	3792.00
1	0.05	682.80	103.3	1028.00
1.05	0.05	734.20	31.7	280.00
1.1	0.1	748.20	31.8	122.00
1.2	0.1	760.40	34.1	64.00
1.3	0.1	766.80	32.5	46.00
1.4	0.1	771.40	31.6	28.00
1.5	-1.5	774.20	31.4	516.13



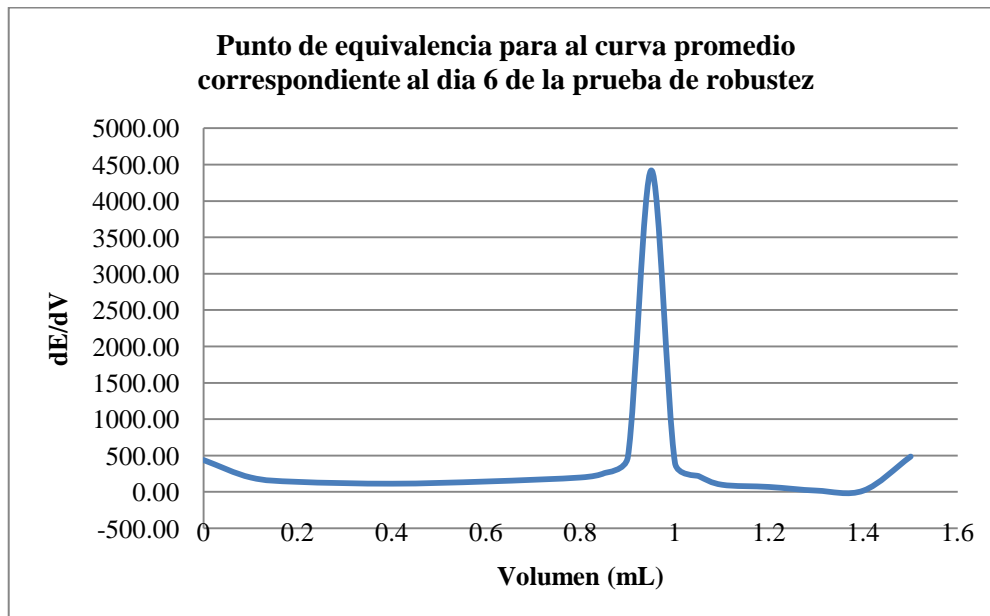
DIA 3				
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.10	275.00	24.1	570.00
0.1	0.1	332.00	26.4	218.00
0.2	0.2	353.80	25.6	142.00
0.4	0.2	382.20	25.0	117.00
0.6	0.2	405.60	24.8	135.00
0.8	0.05	432.60	24.8	220.00
0.85	0.05	443.60	25.9	200.00
0.9	0.05	453.60	25.2	336.00
0.95	0.05	470.40	27.4	3692.00
1	0.05	655.00	111.3	1312.00
1.05	0.05	720.60	24.3	240.00
1.1	0.1	732.60	25.5	112.00
1.2	0.1	743.80	27.2	98.00
1.3	0.1	753.60	27.9	52.00
1.4	0.1	758.80	27.7	36.00
1.5	-1.5	762.40	27.4	508.27



DIA 4				
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	246.60	25.6	556.00
0.1	0.1	302.20	23.3	218.00
0.2	0.2	324.00	22.9	133.00
0.4	0.2	350.60	22.9	122.00
0.6	0.2	375.00	22.9	140.00
0.8	0.05	403.00	23.2	200.00
0.85	0.05	413.00	23.7	256.00
0.9	0.05	425.80	24.5	404.00
0.95	0.05	446.00	26.4	3572.00
1	0.05	624.60	98.7	956.00
1.05	0.05	672.40	25.3	260.00
1.1	0.1	685.40	25.3	136.00
1.2	0.1	699.00	26.1	80.00
1.3	0.1	707.00	25.9	46.00
1.4	0.1	711.60	25.7	26.00
1.5	-1.5	714.20	25.4	476.13



DIA 6				
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	265.80	23.8	440.00
0.1	0.1	309.80	23.3	200
0.2	0.2	330.60	22.1	140
0.4	0.2	358.20	22.3	115
0.6	0.2	381.60	22.6	145
0.8	0.05	409.80	23.3	200
0.85	0.05	419.40	23.3	260
0.9	0.05	432.20	23.9	480
0.95	0.05	474.80	68.4	4420
1	0.05	655.00	46.1	400
1.05	0.05	676.80	44.3	220
1.1	0.1	687.80	43.6	100
1.2	0.1	700.00	40.8	70
1.3	0.1	708.80	37.8	20
1.4	0.1	712.80	38.0	20
1.5	-1.5	714.80	38.0	488



ANEXO 15

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N PARA LA PRUEBA DE REPETIBILIDAD

- Alícuotas de 1 mL

	I	II	III
Vol. mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	233	237	234
0.2	322	325	326
0.4	350	353	354
0.6	370	373	377
0.8	398	402	403
0.85	409	411	411
0.9	420	423	422
0.95	454	438	435
1	473	470	464
1.05	645	642	663
1.1	676	674	686
1.2	694	691	704
1.3	702	700	714
1.4	706	704	718
1.5	708	707	720

- **Alícuotas de 2 mL**

	I	II	III
Vol. mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	232	230	240
0.2	305	305	308
0.4	327	328	330
0.6	342	344	346
0.8	355	356	358
1	367	368	370
1.2	370	374	381
1.4	383	386	394
1.6	398	400	409
1.8	416	418	432
1.85	420	424	441
1.9	428	430	452
1.95	436	438	471
2	520	450	490
2.05	665	468	670
2.1	670	522	682
2.15	685	669	690
2.2	690	677	696
2.3	699	690	704
2.4	700	702	706
2.5	704	714	714
2.6	706	716	716

- **Alícuotas de 3 mL**

	I	II	III
Vol. mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	244	244	250
0.3	307	306	307
0.6	329	330	330
0.9	344	343	344
1.2	357	358	355
1.5	369	370	367
1.8	381	382	379
2.1	394	395	392
2.4	410	412	406
2.7	435	437	426
2.8	449	452	436
2.85	459	465	442
2.9	477	488	448
2.95	523	534	462
3	675	678	561
3.05	684	688	669
3.1	692	697	684
3.2	703	708	696
3.3	711	716	703
3.4	717	722	709
3.5	720	727	711

- **Alícuotas de 4 mL**

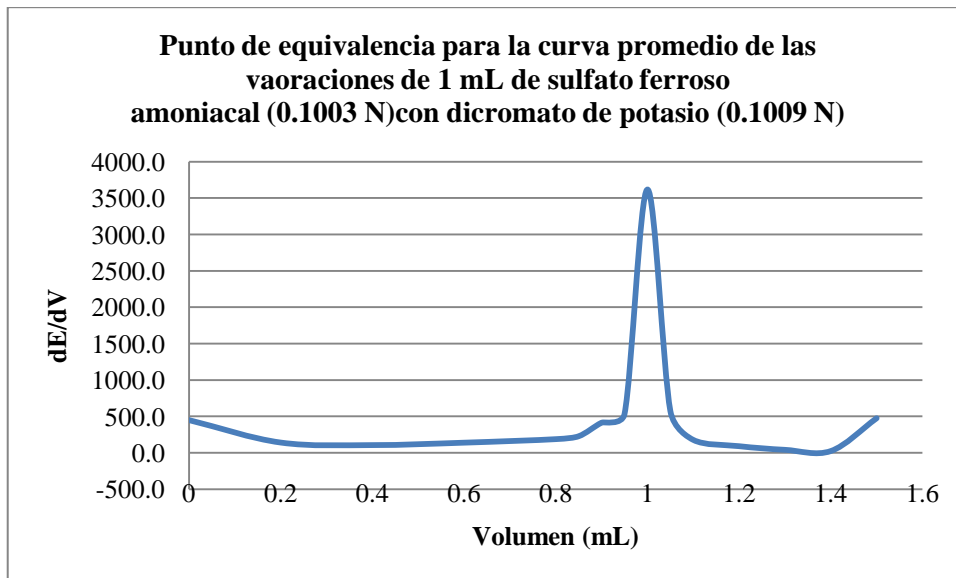
	I	II	III
Vol. mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	248	230	232
0.4	306	306	307
0.8	328	328	329
1.2	344	345	345
1.6	357	357	358
2	368	368	370
2.4	380	380	382
2.8	390	393	395
3.2	405	408	410
3.6	425	430	433
3.8	440	448	450
3.85	446	455	458
3.9	453	464	467
3.95	461	477	479
4	474	486	490
4.05	497	508	511
4.1	640	658	661
4.15	674	690	692
4.2	686	705	707
4.3	702	720	721
4.4	712	730	730
4.5	718	736	735
4.6	720	738	737
4.7	722	740	740

ANEXO 16

CÁLCULO DE LOS VOLÚMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.1003 N CON DICROMATO DE POTASIO 0.1009 N PARA LA PRUEBA DE REPETIBILIDAD

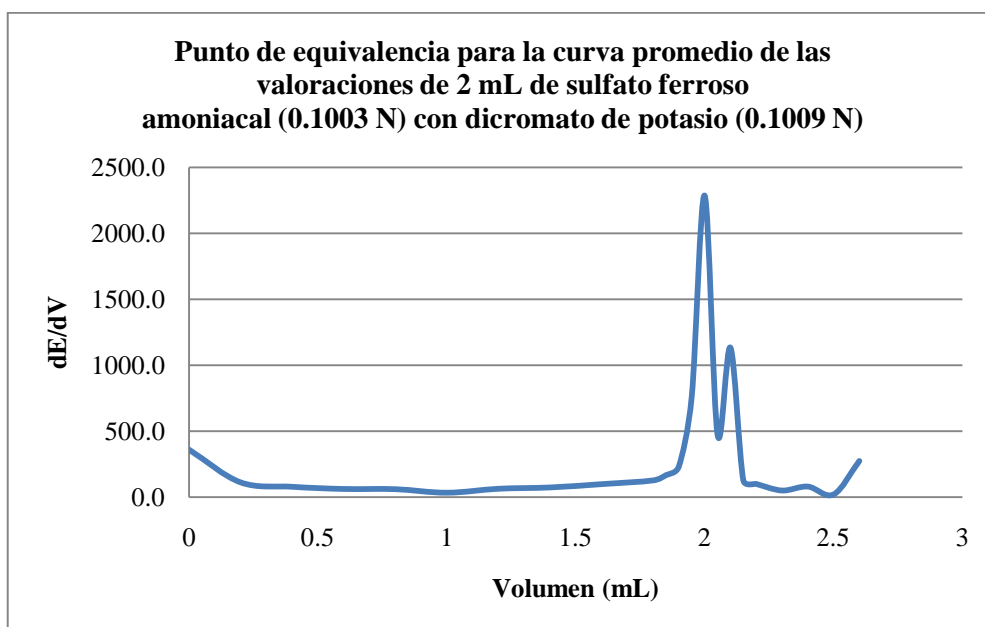
- Alícuotas de 1 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	234.7	22.1	448.3
0.2	0.2	324.3	22.1	140.0
0.4	0.2	352.3	22.1	105.0
0.6	0.2	373.3	23.5	138.3
0.8	0.05	401.0	22.6	186.7
0.85	0.05	410.3	21.2	226.7
0.9	0.05	421.7	21.5	413.3
0.95	0.05	442.3	30.2	533.3
1	0.05	469.0	24.6	3620.0
1.05	0.05	650.0	31.4	573.3
1.1	0.1	678.7	26.4	176.7
1.2	0.1	696.3	26.8	90.0
1.3	0.1	705.3	27.6	40.0
1.4	0.1	709.3	27.6	23.3
1.5	-1.5	711.7	27.2	474.4



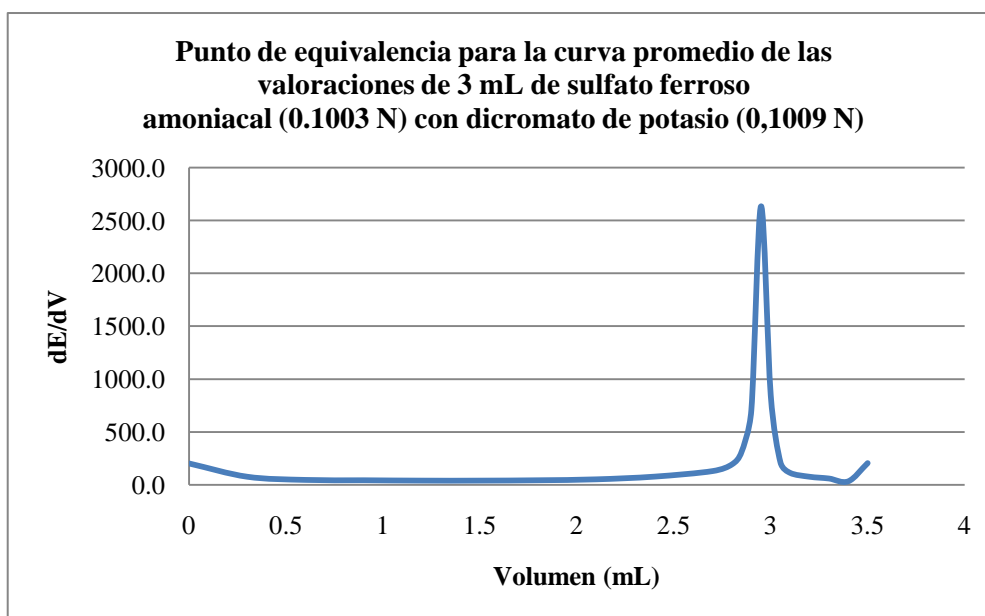
- Alícuotas de 2 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	234.0	25.3	360.0
0.2	0.2	306.0	21.7	111.7
0.4	0.2	328.3	21.5	78.3
0.6	0.2	344.0	22.0	61.7
0.8	0.2	356.3	21.5	60.0
1	0.2	368.3	21.5	33.3
1.2	0.2	375.0	25.6	63.3
1.4	0.2	387.7	25.7	73.3
1.6	0.2	402.3	25.9	98.3
1.8	0.05	422.0	28.7	126.7
1.85	0.05	428.3	31.2	166.7
1.9	0.05	436.7	33.3	233.3
1.95	0.05	448.3	39.7	766.7
2	0.05	486.7	55.1	2286.7
2.05	0.05	601.0	135.2	473.3
2.1	0.05	624.7	109.1	1133.3
2.15	0.05	681.3	31.0	126.7
2.2	0.1	687.7	29.7	100.0
2.3	0.1	697.7	27.1	50.0
2.4	0.1	702.7	23.1	80.0
2.5	0.1	710.7	25.8	20.0
2.6	-2.6	712.7	25.8	274.1



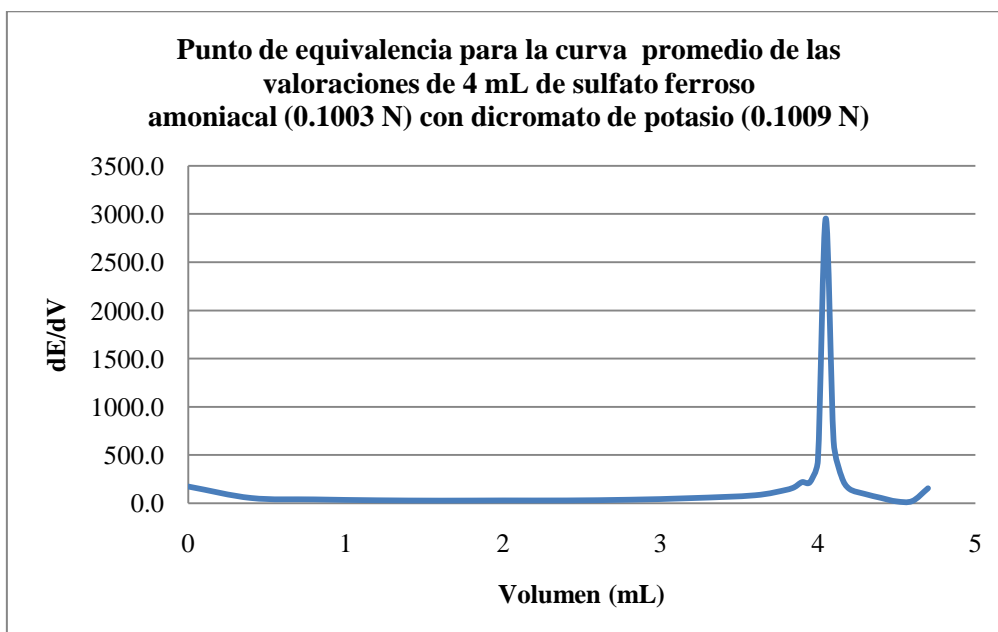
- **Alícuotas de 3 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.3	246.0	23.5	202.2
0.3	0.3	306.7	20.6	76.7
0.6	0.3	329.7	20.6	46.7
0.9	0.3	343.7	20.6	43.3
1.2	0.3	356.7	21.5	40.0
1.5	0.3	368.7	21.5	40.0
1.8	0.3	380.7	21.5	43.3
2.1	0.3	393.7	21.5	52.2
2.4	0.3	409.3	23.1	77.8
2.7	0.1	432.7	25.9	130.0
2.8	0.05	445.7	28.5	193.3
2.85	0.05	455.3	31.9	313.3
2.9	0.05	471.0	40.7	706.7
2.95	0.05	506.3	58.8	2633.3
3	0.05	638.0	86.7	846.7
3.05	0.05	680.3	30.0	213.3
3.1	0.1	691.0	26.6	113.3
3.2	0.1	702.3	26.0	76.7
3.3	0.1	710.0	26.6	60.0
3.4	0.1	716.0	26.6	33.3
3.5	-3.5	719.3	28.0	205.5



- **Alícuotas de 4 mL**

dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0.4	236.7	29.9	174.2
0.4	306.3	20.6	55.0
0.4	328.3	20.6	40.8
0.4	344.7	20.6	31.7
0.4	357.3	20.6	28.3
0.4	368.7	21.2	30.0
0.4	380.7	21.2	30.0
0.4	392.7	22.5	37.5
0.4	407.7	22.5	54.2
0.2	429.3	24.0	83.3
0.05	446.0	25.3	140.0
0.05	453.0	26.2	166.7
0.05	461.3	27.4	220.0
0.05	472.3	29.9	220.0
0.05	483.3	28.3	440.0
0.05	505.3	27.4	2953.3
0.05	653.0	31.4	646.7
0.05	685.3	29.9	280.0
0.1	699.3	31.6	150.0
0.1	714.3	30.7	96.7
0.1	724.0	30.4	56.7
0.1	729.7	30.1	20.0
0.1	731.7	30.1	23.3
-4.7	734.0	30.4	156.2



ANEXO 17

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSO AMONICAL CON DICROMATO DE POTASIO PARA LA PRUEBA DEL LÍMITE DE DETECCIÓN.

- Sulfato ferroso amoniacal (0.100 N) con dicromato de potasio (0.099 N)

Vol. mL	3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
	I (mV)	II (mV)	III (mV)	I (mV)	II (mV)	III (mV)	IV (mV)	I (mV)	II (mV)	III (mV)	IV (mV)	V (mV)
0	261	264	255	235	240	245	247	257	258	260	258	260
0.1	331	331	333	306	307	307	309	304	310	308	306	310
0.2	353	353	357	330	328	330	332	329	331	330	330	332
0.4	380	379	385	359	356	358	360	357	360	358	359	358
0.6	400	405	409	382	380	383	386	381	384	382	383	383
0.8	421	430	436	412	409	412	415	409	415	412	412	414
0.85	427	440	446	424	420	424	427	419	426	424	423	425
0.9	434	453	458	440	433	439	439	429	443	439	436	442
0.95	440	468	477	475	456	471	470	447	462	459	455	471
0.97	680	689	710	689	684	700	680	494	689	693	693	690
1	700	715	730	701	704	714	703	687	701	705	708	704
1.05	715	723	740	710	714	722	719	701	710	713	715	713
1.1	735	745	751	718	728	732	730	711	721	724	727	725
1.2	746	756	759	728	736	738	738	719	728	730	736	733
1.3	752	767	765	731	741	742	740	725	733	731	740	738
1.4	760	769	768	736	744	744	742	728	736	734	745	742
1.5	762	771	770	738	747	746	743	731	739	736	747	744
1.6	764	773	772	740	749	748	744	732	741	738	748	744

- **Sulfato ferroso amoniacal (0.0100 N) con dicromato de potasio (0.0099 N)**

Vol. mL	3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	364	341	338	300	300	297	299	308	312	315	315	313
0.1	380	379	374	347	349	346	348	353	354	354	355	353
0.2	398	396	396	372	370	370	371	375	375	375	375	374
0.4	425	426	424	399	398	399	399	403	403	403	404	402
0.6	455	449	448	424	423	424	423	429	428	429	430	428
0.8	477	478	478	455	452	453	455	460	457	457	457	459
0.85	487	490	489	467	462	464	465	471	469	468	468	472
0.9	502	505	504	485	478	478	480	487	486	483	483	490
0.95	527	537	532	529	503	506	527	526	518	516	516	521
1	624	627	627	612	609	614	609	615	618	615	615	549
1.05	636	632	632	615	614	617	613	619	621	622	622	640
1.1	640	637	637	618	618	620	619	623	624	626	626	661
1.2	645	642	645	621	622	624	623	628	629	630	630	672
1.3	650	646	649	623	625	628	627	631	633	633	633	674
1.4	653	651	651	625	628	629	629	634	636	635	635	677
1.5	655	653	653	626	629	630	631	636	638	637	637	678

- **Sulfato ferroso amoniacal (0.00100 N) con dicromato de potasio (0.0099 N)**

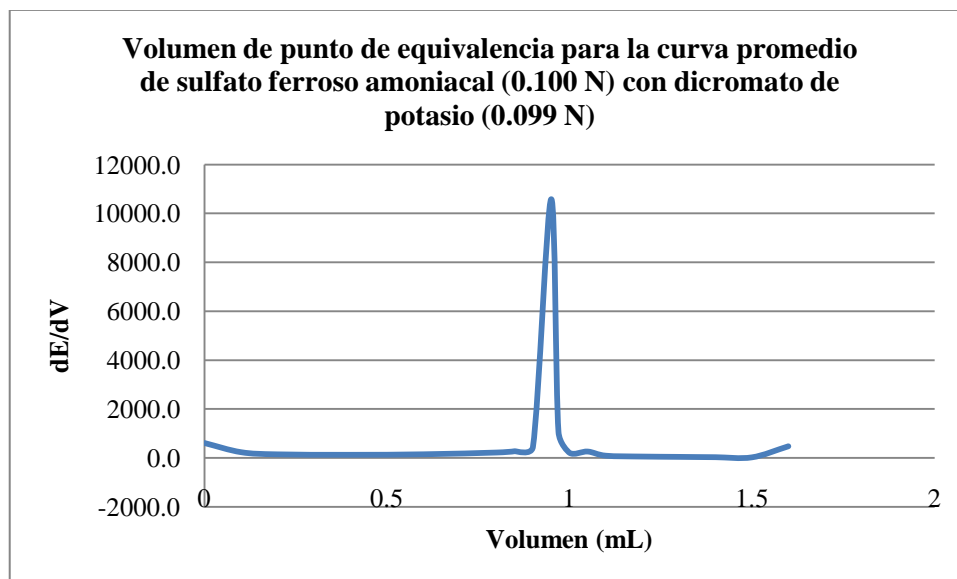
Vol. mL	3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	408	403	384	384	372	370	379	400	388	386	385	387
0.1	446	423	419	401	396	394	399	422	405	403	405	406
0.2	457	440	439	422	416	417	420	434	423	420	424	426
0.4	478	467	466	447	444	444	446	457	449	448	450	450
0.6	494	490	486	467	466	466	467	483	470	468	469	472
0.8	512	504	510	485	484	484	486	494	487	486	487	489
0.85	518	510	519	492	491	491	493	499	494	493	494	495
0.9	522	518	521	499	497	496	499	506	499	498	499	499
0.95	528	524	522	505	502	501	508	510	504	503	504	503
1	533	529	529	512	508	506	515	518	509	508	509	510
1.05	536	532	530	515	513	514	518	522	514	513	514	513
1.1	539	535	536	519	519	519	521	526	518	517	518	520
1.2	550	542	541	523	524	526	524	532	524	523	522	523
1.3	557	545	546	529	531	532	531	538	530	531	534	532
1.4	563	551	551	534	534	536	535	543	536	534	540	539
1.5	569	554	554	536	537	541	537	546	542	539	545	544

ANEXO 18

CALCULO DE LOS VOLUMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FERROSOAMONICAL CON DICROMATO DE POTASIO. PRUEBA DEL LÍMITE DE DETECCIÓN.

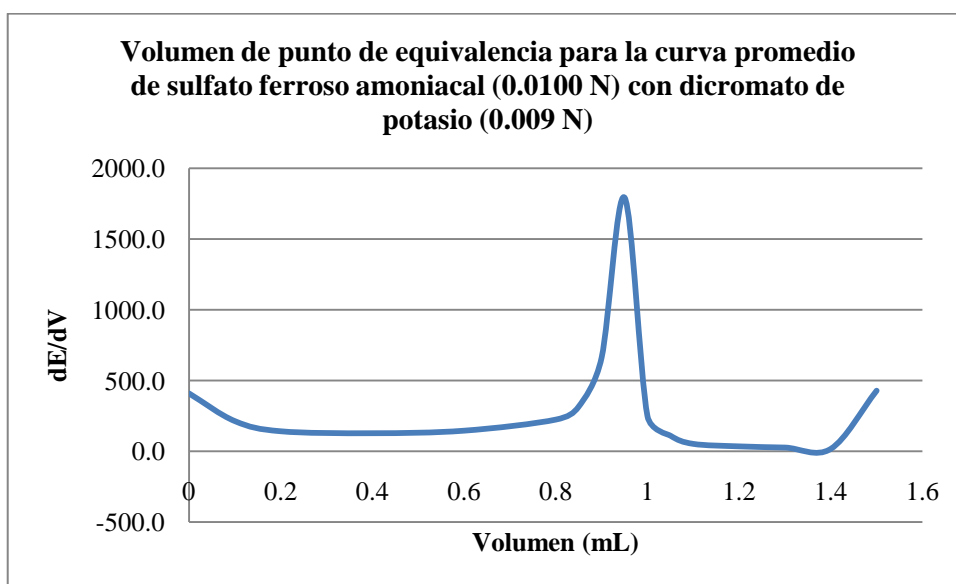
- Sulfato ferroso amoniacal (0.100 N) con dicromato de potasio (0.099 N)

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	253.3	29.3	601.7
0.1	0.1	313.5	31.1	227.5
0.2	0.2	336.3	31.0	139.2
0.4	0.2	364.1	30.6	120.4
0.6	0.2	388.2	30.2	141.3
0.8	0.0	416.4	28.5	213.3
0.85	0.1	427.1	27.9	266.7
0.9	0.0	440.4	28.1	443.3
0.95	0.0	462.6	31.5	10583.3
0.97	0.0	674.3	77.4	1058.3
1	0.1	706.0	30.4	205.0
1.05	0.1	716.3	29.5	253.3
1.1	0.1	728.9	31.0	83.3
1.2	0.1	737.3	31.6	48.3
1.3	0.1	742.1	33.1	35.8
1.4	0.1	745.7	33.2	21.7
1.5	0.1	747.8	33.0	15.8
1.6	-1.6	749.4	33.3	468.4



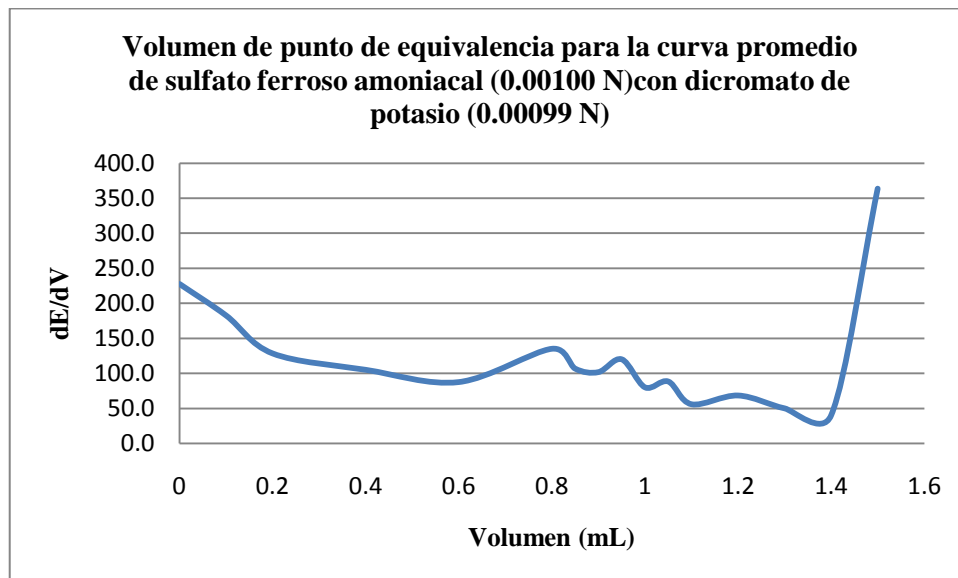
- Sulfato ferroso amoniacal (0.0100 N) con dicromato de potasio (0.0099 N)

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	316.8	40.6	408.3
0.1	0.1	357.7	32.5	212.5
0.2	0.2	378.9	30.9	140.8
0.4	0.2	407.1	31.0	127.1
0.6	0.2	432.5	31.3	145.0
0.8	0.05	461.5	30.0	223.3
0.85	0.05	472.7	30.1	315.0
0.9	0.05	488.4	29.9	661.7
0.95	0.05	521.5	30.2	1793.3
1	0.05	611.2	40.5	248.3
1.05	0.05	623.6	29.1	110.0
1.1	0.1	629.1	32.7	51.7
1.2	0.1	634.3	34.7	34.2
1.3	0.1	637.7	34.7	25.8
1.4	0.1	640.3	35.1	16.7
1.5	-1.5	641.9	35.1	427.9



- Sulfato ferroso amoniacal (0.00100 N) con dicromato de potasio (0.00099 N)

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	387.2	31.6	227.5
0.1	0.1	409.9	35.0	182.5
0.2	0.2	428.2	32.1	128.3
0.4	0.2	453.8	30.9	105.0
0.6	0.2	474.8	30.4	87.5
0.8	0.05	492.3	30.4	135.0
0.85	0.05	499.1	30.4	106.7
0.9	0.05	504.4	29.9	101.7
0.95	0.05	509.5	29.6	120.0
1	0.05	515.5	29.6	80.0
1.05	0.05	519.5	28.4	88.3
1.1	0.1	523.9	28.1	55.8
1.2	0.1	529.5	29.5	68.3
1.3	0.1	536.3	28.6	50.0
1.4	0.1	541.3	29.2	40.0
1.5	-1.5	545.3	29.6	363.6



ANEXO 19

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE ACIDO ACÉTICO 0.1004 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N PARA LA PRUEBA DE EXACTITUD

- Alícuotas de 1 mL

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	425	420	437
0.1	396	394	424
0.2	383	380	405
0.4	365	360	372
0.6	348	344	350
0.8	320	306	324
0.85	300	298	313
0.9	293	290	301
0.95	277	275	279
1	255	252	256
1.05	83	81	98
1.1	55	53	54
1.2	38	36	39
1.3	27	24	25
1.4	20	18	18
1.5	17	15	13
1.6	15	13	10
1.7	13	11	8

- **Alícuotas de 2 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	453	452	450
0.2	437	436	436
0.4	405	412	411
0.6	386	394	392
0.8	371	378	379
1	360	368	366
1.2	350	357	354
1.4	339	345	342
1.6	326	330	325
1.8	302	305	300
1.85	289	293	286
1.9	277	281	275
1.95	263	263	261
2	242	114	240
2.05	96	80	98
2.1	64	62	67
2.2	39	47	42
2.3	26	38	29
2.4	19	30	23
2.5	16	27	20
2.6	13	25	18
2.7	11	23	16
3	10	22	15

- **Alícuotas de 3 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	454	452	456
0.3	433	430	435
0.6	405	403	406
0.9	389	388	390
1.2	374	373	376
1.5	368	366	369
1.8	352	350	354
2.1	340	338	340
2.4	329	325	330
2.7	308	311	320
2.8	303	306	311
2.85	289	292	308
2.9	284	286	296
2.95	266	268	285
3	245	247	266
3.05	236	99	248
3.1	89	70	96
3.3	54	42	64
3.5	41	30	39
3.7	32	28	29
3.8	29	26	26
3.9	27	24	24
4	26	22	23

- **Alícuotas de 4 mL**

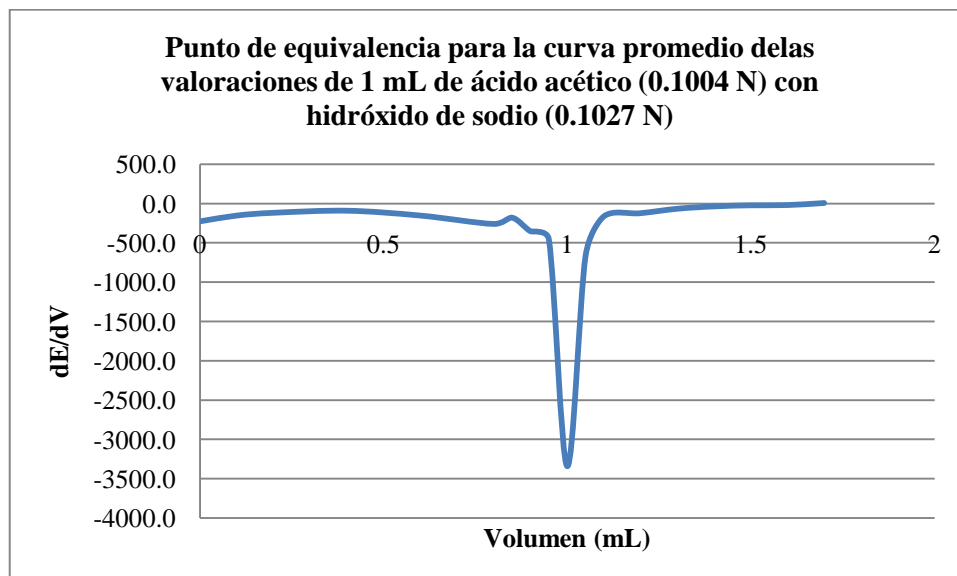
Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	452	454	450
0.4	425	427	421
0.8	394	396	390
1.2	377	378	371
1.6	364	366	362
2	358	359	351
2.4	342	344	338
2.8	319	321	321
3.2	298	301	300
3.6	290	293	290
3.8	281	282	279
3.85	270	269	263
3.9	251	245	240
3.95	240	230	227
4	227	89	78
4.05	88	57	49
4.1	55	45	37
4.2	42	32	25
4.6	33	30	23
5	30	28	21
5.1	28	26	20

ANEXO 20

CÁLCULO DE LOS VOLÚMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA MEDIANTE EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE ACIDO ACÉTICO 0.1004 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N PARA LA PRUEBA DE EXACTITUD

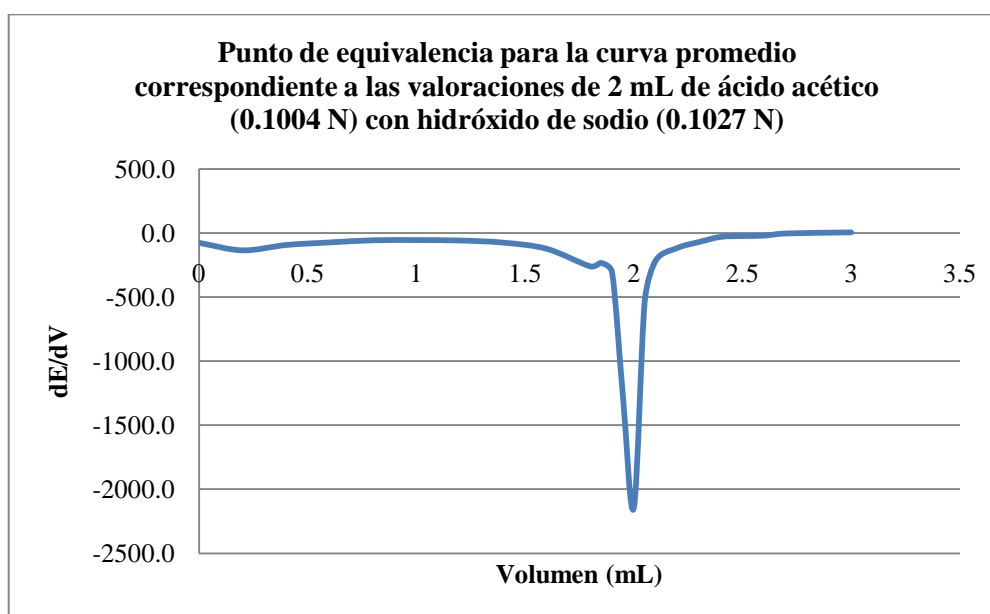
- Alícuotas de 1 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	427.33	28.7	-226.7
0.1	0.1	404.67	16.8	-153.3
0.2	0.2	389.33	13.7	-118.3
0.4	0.2	365.67	6.0	-91.7
0.6	0.2	347.33	3.1	-153.3
0.8	0.05	316.67	9.5	-260.0
0.85	0.05	303.67	8.1	-180.0
0.9	0.05	294.67	5.7	-353.3
0.95	0.05	277.00	2.0	-453.3
1	0.05	254.33	2.1	-3340.0
1.05	0.05	87.33	9.3	-666.7
1.1	0.1	54.00	1.0	-163.3
1.2	0.1	37.67	1.5	-123.3
1.3	0.1	25.33	1.5	-66.7
1.4	0.1	18.67	1.2	-36.7
1.5	0.1	15.00	2.0	-23.3
1.6	0.1	12.67	2.5	-20.0
1.7	-1.7	10.67	2.5	6.3



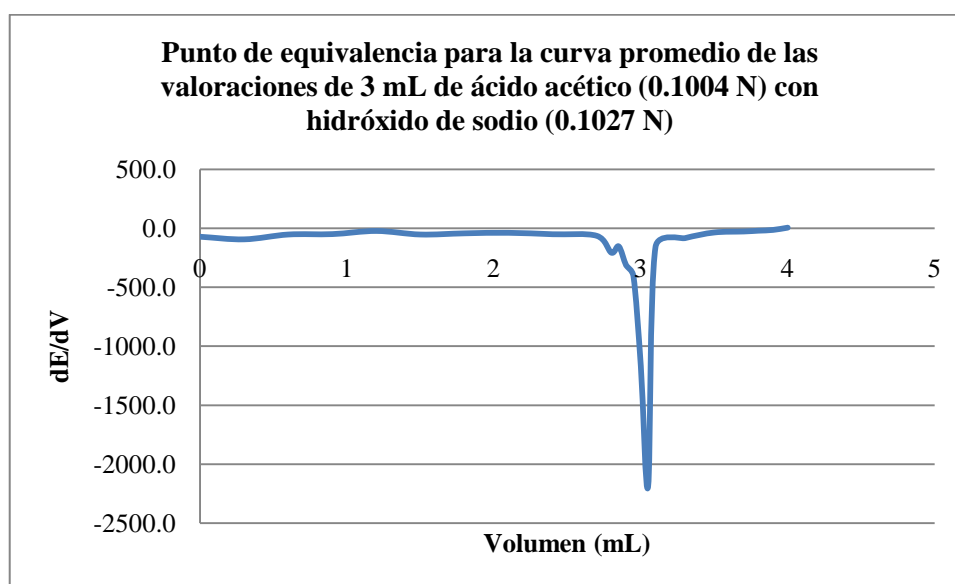
- **Alícuotas de 2 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	451.67	21.5	-76.7
0.2	0.2	436.33	20.6	-135.0
0.4	0.2	409.33	23.8	-93.3
0.6	0.2	390.67	24.2	-73.3
0.8	0.2	376.00	24.4	-56.7
1	0.2	364.67	24.2	-55.0
1.2	0.2	353.67	23.5	-58.3
1.4	0.2	342.00	23.0	-75.0
1.6	0.2	327.00	22.6	-123.3
1.8	0.05	302.33	22.5	-260.0
1.85	0.05	289.33	23.5	-233.3
1.9	0.05	277.67	23.1	-306.7
1.95	0.05	262.33	21.2	-1273.3
2	0.05	198.67	93.3	-2146.7
2.05	0.05	91.33	29.9	-540.0
2.1	0.1	64.33	22.5	-216.7
2.2	0.1	42.67	24.0	-116.7
2.3	0.1	31.00	26.2	-70.0
2.4	0.1	24.00	25.6	-30.0
2.5	0.1	21.00	25.6	-23.3
2.6	0.1	18.67	26.0	-20.0
2.7	0.3	16.67	26.0	-3.3
3	-3	15.67	26.0	5.2



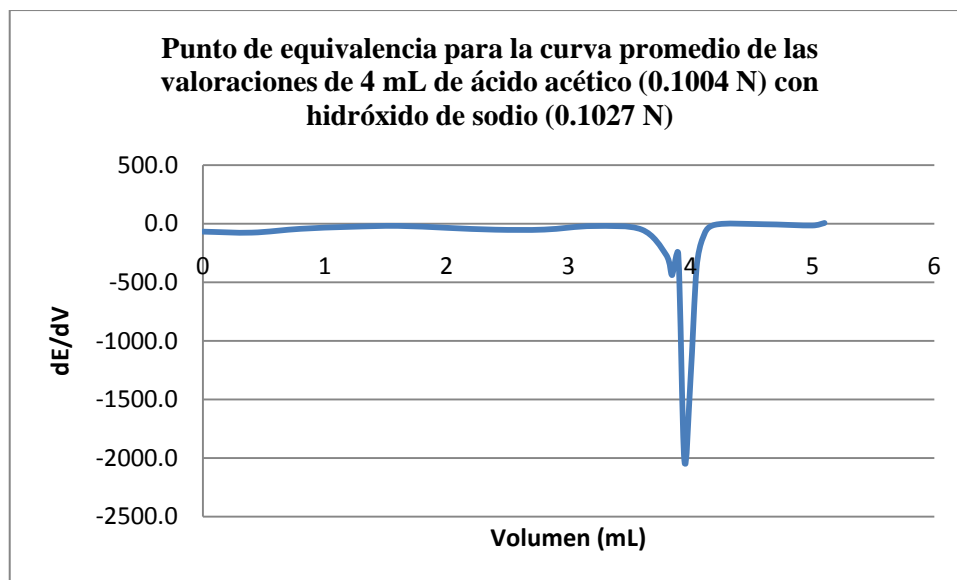
- **Alícuotas de 3 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.3	454.00	22.0	-71.1
0.3	0.3	432.67	22.5	-93.3
0.6	0.3	404.67	21.5	-52.2
0.9	0.3	389.00	21.0	-48.9
1.2	0.3	374.33	21.5	-22.2
1.5	0.3	367.67	21.5	-52.2
1.8	0.3	352.00	22.0	-42.2
2.1	0.3	339.33	21.2	-37.8
2.4	0.3	328.00	22.6	-50.0
2.7	0.1	313.00	26.2	-63.3
2.8	0.05	306.67	24.0	-206.7
2.85	0.05	296.33	30.2	-153.3
2.9	0.05	288.67	26.4	-313.3
2.95	0.05	273.00	30.4	-406.7
3	0.05	252.67	31.6	-1166.7
3.05	0.05	194.33	102.8	-2186.7
3.1	0.2	85.00	33.5	-158.3
3.3	0.2	53.33	31.0	-83.3
3.5	0.2	36.67	25.9	-35.0
3.7	0.1	29.67	22.1	-26.7
3.8	0.1	27.00	21.7	-20.0
3.9	0.1	25.00	21.7	-13.3
4	-4	23.67	22.1	5.9



- **Alícuotas de 4 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.4	452.00	22.0	-69.2
0.4	0.4	424.33	23.1	-77.5
0.8	0.4	393.33	23.1	-45.0
1.2	0.4	375.33	23.8	-28.3
1.6	0.4	364.00	22.0	-20.0
2	0.4	356.00	24.4	-36.7
2.4	0.4	341.33	23.1	-52.5
2.8	0.4	320.33	21.2	-51.7
3.2	0.4	299.67	21.5	-21.7
3.6	0.2	291.00	21.7	-51.7
3.8	0.05	280.67	21.5	-266.7
3.85	0.05	267.33	23.8	-440.0
3.9	0.05	245.33	25.5	-260.0
3.95	0.05	232.33	26.8	-2020.0
4	0.05	131.33	103.0	-1333.3
4.05	0.05	64.67	40.6	-380.0
4.1	0.1	45.67	29.0	-126.7
4.2	0.4	33.00	28.5	-10.8
4.6	0.4	28.67	25.1	-5.8
5	0.1	26.33	24.7	-16.7
5.1	-5.1	24.67	24.2	4.8



ANEXO 21

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO 0.0913 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N PARA LA PRUEBA DE ROBUSTEZ

- **Serie 1**

T (C)	26.1	26.4	25.8	25.8	25.7
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	389	395	400	413	420
0.1	376	379	393	399	385
0.2	362	370	379	380	360
0.4	338	348	352	353	331
0.6	318	324	322	328	309
0.8	295	292	293	298	279
0.85	269	280	279	280	270
0.87	260	256	259	250	256
0.9	235	230	232	227	231
0.95	127	171	142	126	101
1	65	89	72	66	59
1.05	45	66	65	46	39
1.1	35	51	47	36	28
1.2	24	39	36	26	17
1.3	16	26	28	17	10
1.4	13	18	25	14	9
1.5	11	16	20	12	7

- **Serie 2**

T (C)	23.5	23.6	24	24	24.3
Volumen	I	III	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	404	420	405	406	403
0.1	365	380	387	380	379
0.2	338	357	373	370	368
0.4	315	332	346	343	351
0.6	300	311	324	320	328
0.8	271	282	293	296	305
0.85	259	266	278	269	291
0.87	250	260	270	260	289
0.9	234	240	251	81	263
0.95	125	72	78	62	82
1	54	59	58	54	61
1.05	46	48	46	45	52
1.1	38	40	38	38	50
1.2	30	32	30	32	42
1.3	24	26	24	26	36
1.4	20	22	19	22	32
1.5	16	18	16	19	30
1.6	15	16	14	17	27

- **Serie 3**

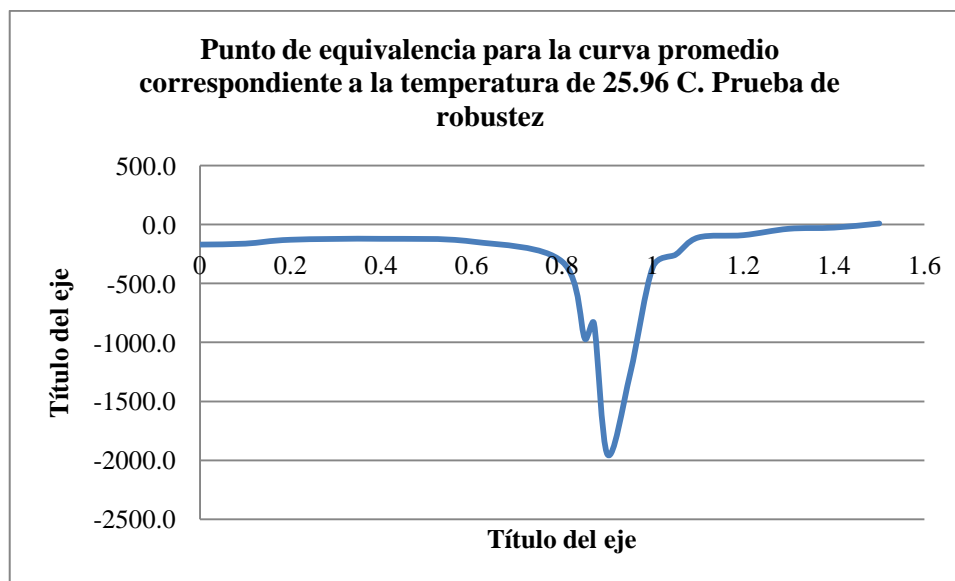
t	19.1	19.3	19.7	19.9	20
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	420	420	423	424	424
0.1	394	395	394	394	392
0.2	370	373	375	374	372
0.4	345	345	347	345	342
0.6	322	323	324	322	318
0.8	295	296	297	300	290
0.85	270	285	286	292	277
0.87	265	279	280	284	269
0.9	80	267	268	272	253
0.95	54	76	78	72	69
1	42	54	57	54	52
1.05	36	44	46	45	43
1.1	24	37	37	35	34
1.2	18	27	28	27	27
1.3	14	21	23	22	22
1.4	12	17	18	15	14
1.5	11	15	15	12	12
1.6	11	14	14	10	11

ANEXO 22

DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE PUNTO DE EQUIVALENCIA POR EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA DE LAS CURVAS PROMEDIO PARA LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO 0.091 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N. PRUEBA DE ROBUSTEZ

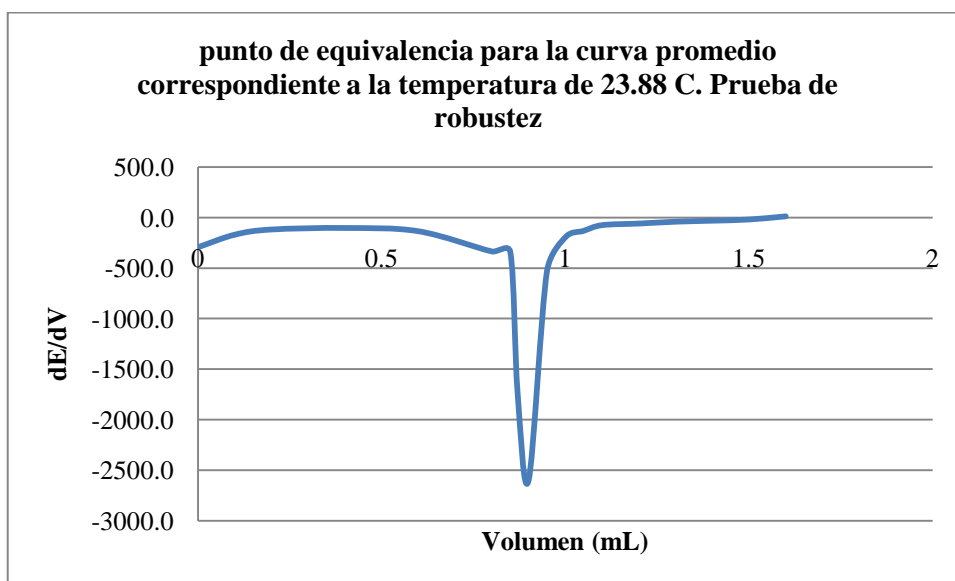
- Serie 1

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	403.40	32.8	-170.0
0.1	0.1	386.40	29.6	-162.0
0.2	0.2	370.20	29.3	-129.0
0.4	0.2	344.40	29.6	-121.0
0.6	0.2	320.20	27.2	-144.0
0.8	0.05	291.40	27.3	-316.0
0.85	0.02	275.60	25.6	-970.0
0.87	0.03	256.20	23.9	-840.0
0.9	0.05	231.00	22.9	-1952.0
0.95	0.05	133.40	45.7	-1264.0
1	0.05	70.20	31.5	-360.0
1.05	0.05	52.20	32.4	-256.0
1.1	0.1	39.40	29.4	-110.0
1.2	0.1	28.40	29.0	-90.0
1.3	0.1	19.40	27.5	-36.0
1.4	0.1	15.80	26.1	-26.0
1.5	-1.5	13.20	25.0	8.8



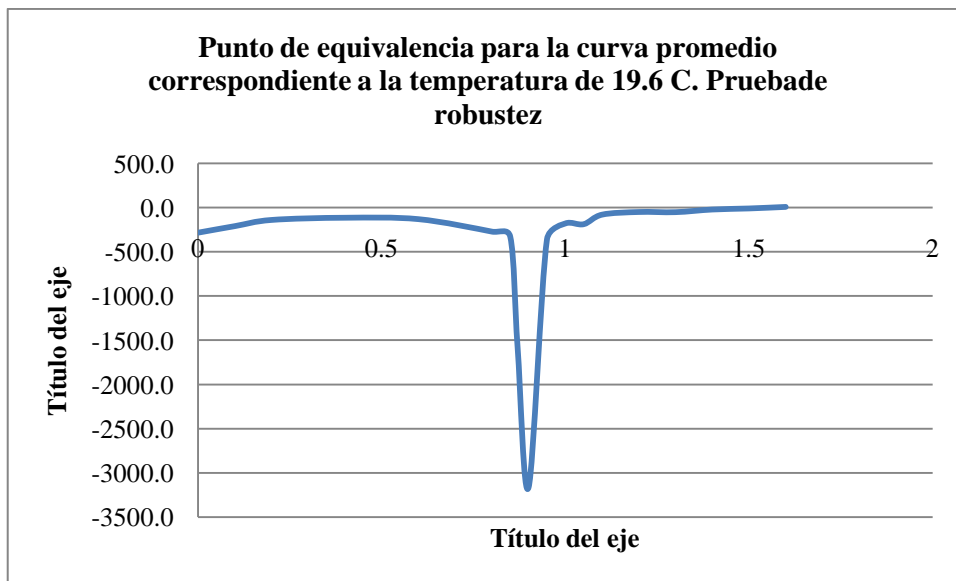
- **Serie 2**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	407.60	27.0	-294.0
0.1	0.1	378.20	28.0	-170.0
0.2	0.2	361.20	34.3	-119.0
0.4	0.2	337.40	34.3	-104.0
0.6	0.2	316.60	31.2	-136.0
0.8	0.05	289.40	33.2	-336.0
0.85	0.02	272.60	32.3	-340.0
0.87	0.03	265.80	34.8	-1733.3
0.9	0.05	213.80	95.1	-2600.0
0.95	0.05	83.80	44.2	-532.0
1	0.05	57.20	23.1	-196.0
1.05	0.05	47.40	22.8	-132.0
1.1	0.1	40.80	25.2	-76.0
1.2	0.1	33.20	25.0	-60.0
1.3	0.1	27.20	25.0	-42.0
1.4	0.1	23.00	25.2	-32.0
1.5	0.1	19.80	25.8	-20.0
1.6	-1.6	17.80	25.3	11.1



- **Serie 3**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	422.20	22.0	-284.0
0.1	0.1	393.80	21.1	-210.0
0.2	0.2	372.80	21.9	-140.0
0.4	0.2	344.80	21.8	-115.0
0.6	0.2	321.80	22.3	-131.0
0.8	0.05	295.60	23.6	-272.0
0.85	0.02	282.00	28.6	-330.0
0.87	0.03	275.40	28.0	-1580.0
0.9	0.05	228.00	103.0	-3164.0
0.95	0.05	69.80	29.5	-360.0
1	0.05	51.80	25.8	-180.0
1.05	0.05	42.80	24.0	-188.0
1.1	0.1	33.40	25.4	-80.0
1.2	0.1	25.40	24.2	-50.0
1.3	0.1	20.40	23.6	-52.0
1.4	0.1	15.20	22.4	-22.0
1.5	0.1	13.00	21.9	-10.0
1.6	-1.6	12.00	21.9	7.5



ANEXO 23

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO 0.1004 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N. PRUEBA DE REPETIBILIDAD

- Alícuotas de 1 mL

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	426	428	430
0.1	396	398	398
0.2	383	385	387
0.4	364	368	365
0.6	340	342	344
0.8	318	320	324
0.85	300	305	310
0.9	287	290	295
0.95	268	271	277
1	239	242	245
1.05	80	76	74
1.1	55	50	53
1.2	38	35	32
1.3	27	24	21
1.4	20	17	16
1.5	17	14	14
1.6	15	12	13
1.7	13	10	11

- **Alícuotas de 2 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	429	425	428
0.2	417	412	415
0.4	385	380	386
0.6	366	362	367
0.8	351	348	352
1	340	335	342
1.2	330	326	332
1.4	319	314	321
1.6	306	300	308
1.8	282	278	284
1.85	279	269	276
1.9	262	252	261
1.95	257	231	255
2	243	210	244
2.05	212	80	210
2.1	72	64	76
2.2	46	41	48
2.3	23	28	21
2.4	15	20	17
2.5	10	15	12
2.6	7	13	9
2.7	5	11	7
3	4	10	6

- **Alícuotas de 3 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	408	415	418
0.3	389	397	400
0.6	367	376	389
0.9	341	350	368
1.2	332	338	352
1.5	310	320	340
1.8	287	299	329
2.1	271	283	308
2.4	265	274	295
2.7	248	260	276
2.8	240	249	261
2.85	228	239	245
2.9	205	217	236
2.95	184	193	212
3	70	76	178
3.05	52	59	67
3.1	32	38	54
3.3	27	30	41
3.5	18	21	32
3.7	12	15	27
3.8	9	12	19
3.9	7	10	13
4	6	9	12

- **Alícuotas de 4 mL**

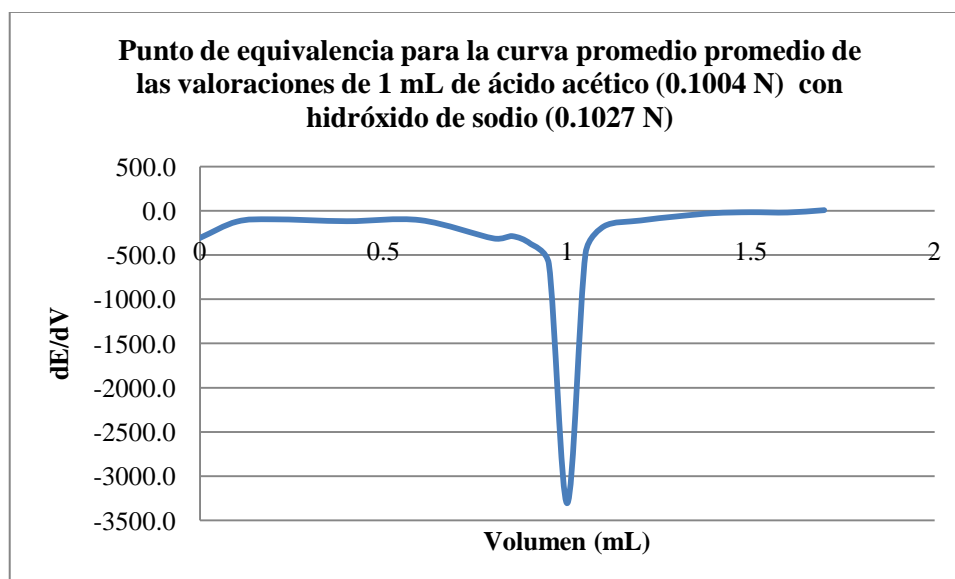
Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	410	421	417
0.4	397	398	399
0.8	385	380	386
1.2	374	374	377
1.6	360	366	364
2	342	351	345
2.4	331	342	334
2.8	319	325	323
3.2	296	308	298
3.6	288	294	290
3.8	276	281	279
3.85	268	267	267
3.9	245	247	247
3.95	212	230	210
4	88	200	78
4.05	62	74	67
4.1	49	51	51
4.2	36	37	38
4.6	32	25	32
5	28	23	28
5.1	26	21	27

ANEXO 24

CÁLCULO DEL VOLUMEN DE PUNTO DE EQUIVALENCIA POR EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LAS CURVAS PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO 0.1004 N CON HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1027 N. PRUEBA DE REPETIBILIDAD

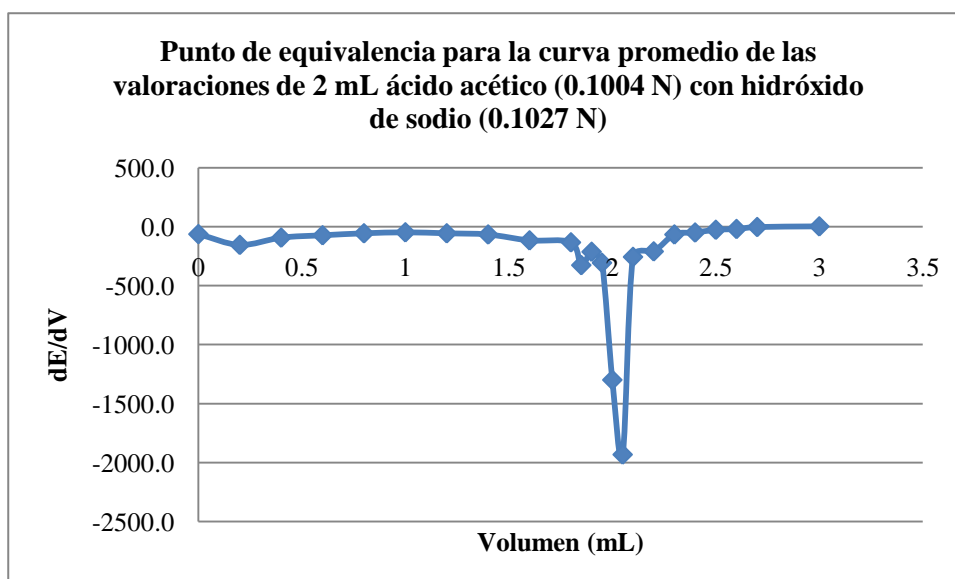
- Alícuotas de 1 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	428.00	22.0	-306.7
0.1	0.1	397.33	21.2	-123.3
0.2	0.2	385.00	22.0	-96.7
0.4	0.2	365.67	22.1	-118.3
0.6	0.2	342.00	22.0	-106.7
0.8	0.05	320.67	23.1	-313.3
0.85	0.05	305.00	25.0	-286.7
0.9	0.05	290.67	24.0	-373.3
0.95	0.05	272.00	24.6	-600.0
1	0.05	242.00	23.0	-3306.7
1.05	0.05	76.67	23.1	-480.0
1.1	0.1	52.67	22.5	-176.7
1.2	0.1	35.00	23.0	-110.0
1.3	0.1	24.00	23.0	-63.3
1.4	0.1	17.67	22.1	-26.7
1.5	0.1	15.00	21.7	-16.7
1.6	0.1	13.33	21.5	-20.0
1.7	-1.7	11.33	21.5	6.7



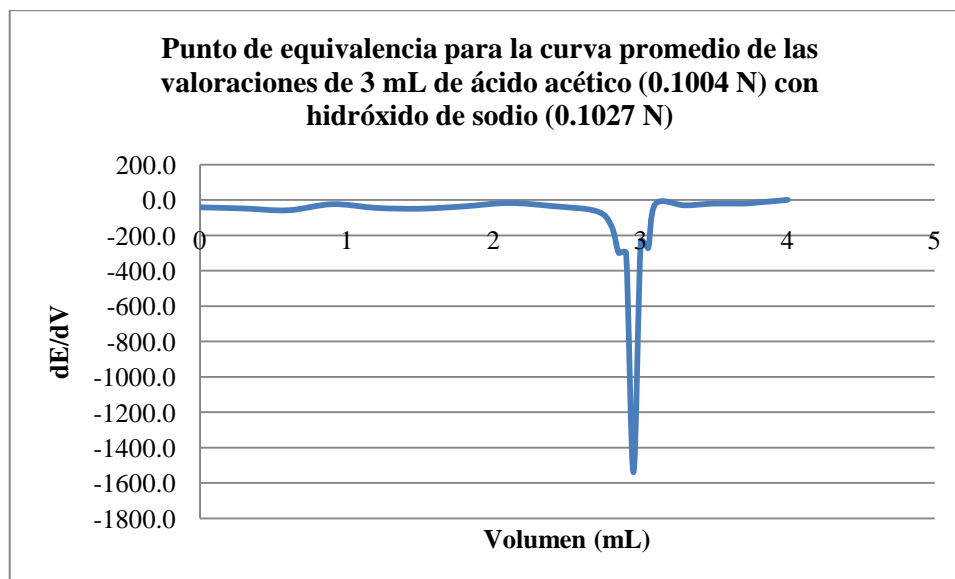
- Alícuotas de 2 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	427.33	22.1	-63.3
0.2	0.2	414.67	22.5	-155.0
0.4	0.2	383.67	23.2	-93.3
0.6	0.2	365.00	22.6	-73.3
0.8	0.2	350.33	22.1	-56.7
1	0.2	339.00	23.6	-48.3
1.2	0.2	329.33	23.1	-56.7
1.4	0.2	318.00	23.6	-66.7
1.6	0.2	304.67	24.2	-116.7
1.8	0.05	281.33	23.1	-133.3
1.85	0.05	274.67	25.1	-326.7
1.9	0.05	258.33	25.5	-213.3
1.95	0.05	247.67	34.5	-306.7
2	0.05	232.33	39.3	-1300.0
2.05	0.05	167.33	95.6	-1933.3
2.1	0.1	70.67	26.1	-256.7
2.2	0.1	45.00	23.6	-210.0
2.3	0.1	24.00	23.6	-66.7
2.4	0.1	17.33	22.5	-50.0
2.5	0.1	12.33	22.5	-26.7
2.6	0.1	9.67	23.1	-20.0
2.7	0.3	7.67	23.1	-3.3
3	-3	6.67	23.1	2.2



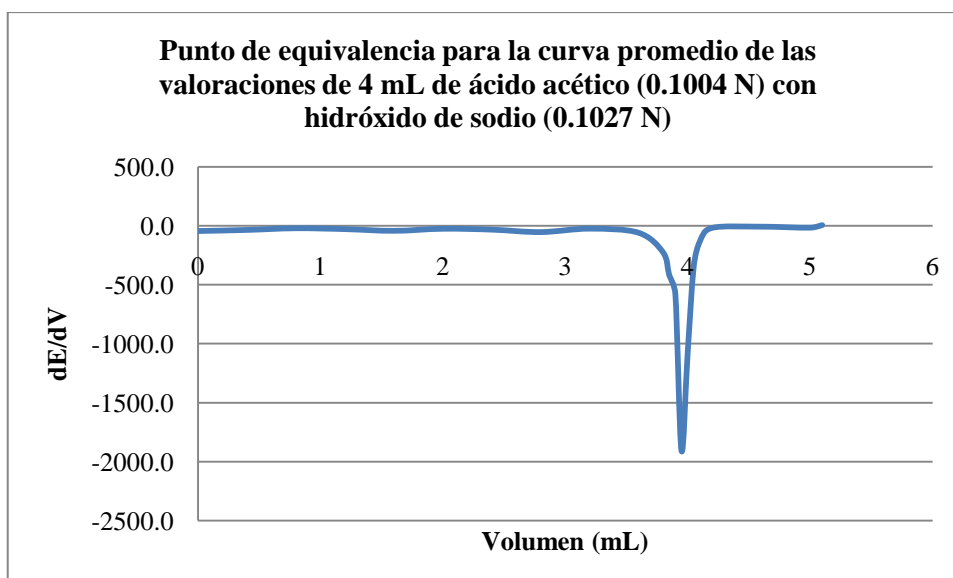
- **Alícuotas de 3 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.3	274.33	25.1	-41.1
0.3	0.3	262.00	25.7	-47.8
0.6	0.3	247.67	31.1	-57.8
0.9	0.3	230.33	33.7	-23.3
1.2	0.3	223.33	30.3	-44.4
1.5	0.3	210.00	35.3	-48.9
1.8	0.3	195.33	41.6	-35.6
2.1	0.3	184.67	38.9	-16.7
2.4	0.3	179.67	35.4	-34.4
2.7	0.1	169.33	34.0	-63.3
2.8	0.05	163.00	30.5	-146.7
2.85	0.05	155.67	28.6	-300.0
2.9	0.05	140.67	35.6	-300.0
2.95	0.05	125.67	34.3	-1540.0
3	0.05	48.67	80.7	-233.3
3.05	0.05	37.00	27.5	-273.3
3.1	0.2	23.33	31.4	-21.7
3.3	0.2	19.00	27.4	-30.0
3.5	0.2	13.00	27.4	-20.0
3.7	0.1	9.00	27.9	-20.0
3.8	0.1	7.00	25.1	-13.3
3.9	0.1	5.67	23.0	-6.7
4	-4	5.00	23.0	1.3



- Alícuotas de 4 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.4	416.00	267.9	-45.0
0.4	0.4	398.00	255.9	-35.8
0.8	0.4	383.67	248.0	-21.7
1.2	0.4	375.00	242.4	-29.2
1.6	0.4	363.33	235.8	-43.3
2	0.4	346.00	226.1	-25.8
2.4	0.4	335.67	220.2	-33.3
2.8	0.4	322.33	211.5	-54.2
3.2	0.4	300.67	199.9	-25.0
3.6	0.2	290.67	192.8	-60.0
3.8	0.05	278.67	185.6	-226.7
3.85	0.05	267.33	178.4	-420.0
3.9	0.05	246.33	166.5	-580.0
3.95	0.05	217.33	153.1	-1906.7
4	0.05	122.00	123.2	-1086.7
4.05	0.05	67.67	66.1	-346.7
4.1	0.1	50.33	54.5	-133.3
4.2	0.4	37.00	47.1	-18.3
4.6	0.4	29.67	44.6	-8.3
5	0.1	26.33	42.1	-16.7
5.1	-5.1	24.67	41.4	4.8



ANEXO 25

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO CON HIDRÓXIDO DE SODIO PARA LA PRUEBA DEL LÍMITE DE CONCENTRACIÓN

- **Ácido acético (0.0913 N) con hidróxido de sodio (0.1027 N)**

3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3					
Volumen	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	408	410	408	400	415	410	412	409	411	412	410	416
0.1	371	407	380	387	397	397	395	396	399	395	396	397
0.2	351	364	359	366	383	385	381	383	385	384	384	387
0.4	326	338	329	335	350	351	347	350	354	360	363	364
0.6	304	315	312	308	325	327	322	326	330	338	340	337
0.8	275	288	279	276	297	299	294	297	301	310	312	311
0.85	263	276	270	270	290	292	287	290	292	297	298	290
0.87	259	273	264	264	283	285	280	283	286	290	290	280
0.9	243	260	260	254	277	279	274	276	280	284	282	79
0.92	70	76	72	80	84	270	80	79	83	76	74	57
0.95	56	53	55	58	56	78	54	52	55	54	52	46
1	48	42	45	48	49	52	45	43	44	42	40	37
1.05	38	34	36	40	42	41	37	34	35	34	31	29
1.1	28	25	26	30	34	35	29	26	26	24	22	25
1.2	22	22	23	27	30	27	24	22	23	21	19	22
1.3	18	19	19	23	27	23	21	19	20	17	16	20
1.4	15	14	15	20	24	20	19	17	18	14	14	19
1.5	12	12	12	18	22	17	17	15	16	12	12	17
1.6	10	11	10	17	20	16	16	14	15	11	10	16

- **Ácido acético (0.00913 N) con hidróxido de sodio (0.01027 N)**

	3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
Volumen	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
mL	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)	E(mV)
0	399	406	402	390	392	394	393	405	401	403	405	407
0.1	392	400	397	386	387	390	388	397	392	394	396	395
0.2	387	391	390	372	375	381	370	378	374	375	380	380
0.4	359	367	364	341	343	344	339	347	342	344	350	348
0.6	322	332	334	310	312	311	309	318	310	315	320	317
0.8	293	294	297	275	278	274	273	294	287	290	295	291
0.85	284	280	286	264	267	264	264	285	278	281	286	283
0.87	280	254	267	258	259	247	249	267	260	262	267	264
0.9	268	238	243	245	241	125	227	250	245	247	250	245
0.92	160	139	148	144	140	101	131	235	140	144	151	145
0.95	128	115	125	123	120	86	110	140	117	115	120	112
1	100	91	100	99	100	74	87	110	100	97	100	94
1.05	82	75	84	83	84	66	72	97	85	89	89	85
1.1	70	64	72	71	73	60	61	87	74	74	75	70
1.2	62	51	68	63	66	55	48	76	70	67	70	64
1.3	58	46	64	57	60	50	44	68	65	60	65	60
1.4	54	41	60	52	55	47	42	62	62	57	60	57
1.5	51	40	58	50	54	45	40	60	60	55	58	55

- **Ácido acético (0.000913 N) con hidróxido de sodio (0.001027 N)**

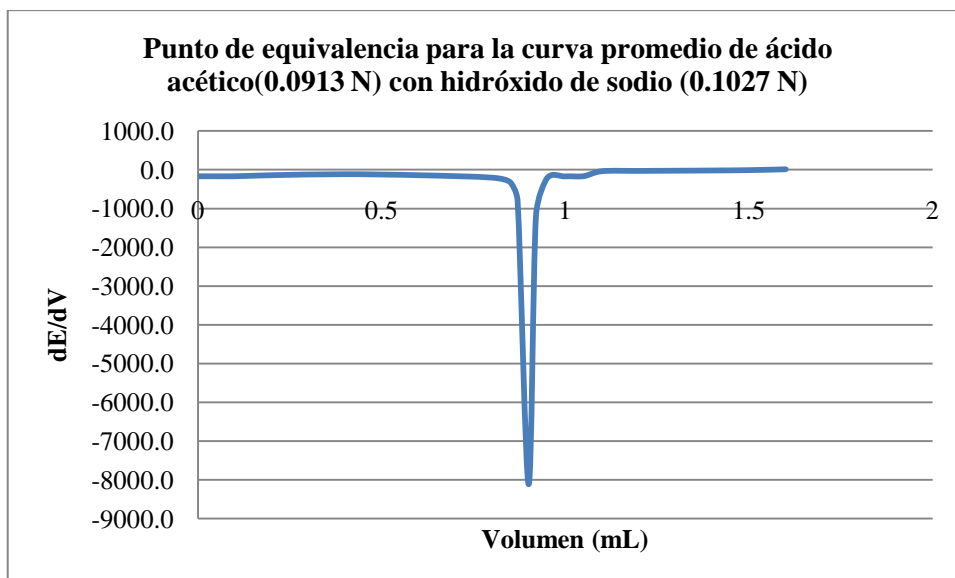
Vol. mL	3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
0	380	379	386	372	370	375	371	380	382	383	385	384
0.1	379	377	385	370	368	374	369	378	379	378	380	378
0.2	376	374	382	369	367	373	364	377	378	377	379	377
0.4	370	368	376	364	362	371	358	372	371	370	372	371
0.6	365	363	371	357	355	363	350	365	364	362	364	362
0.8	360	357	366	344	343	359	346	353	354	352	354	352
0.85	356	354	363	342	342	357	344	352	351	348	350	347
0.9	353	351	360	340	339	356	343	349	348	345	347	345
0.95	350	349	356	332	330	351	336	340	340	338	340	338
1	348	346	354	331	328	346	332	338	336	332	334	331
1.05	345	342	350	330	327	342	329	337	335	326	328	326
1.1	340	338	347	326	325	338	326	335	334	324	326	323
1.2	338	336	344	323	322	335	324	332	332	321	323	320
1.3	336	337	342	320	320	334	322	330	329	319	320	318
1.4	335	336	341	318	317	332	321	327	326	318	319	317
1.5	334	335	340	317	316	331	320	326	325	317	318	316

ANEXO 26

CALCULO DE LOS VOLUMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE ÁCIDO ACÉTICO CON HIDRÓXIDO DE SODIO. PRUEBA DEL LÍMITE DE CONCENTRACIÓN.

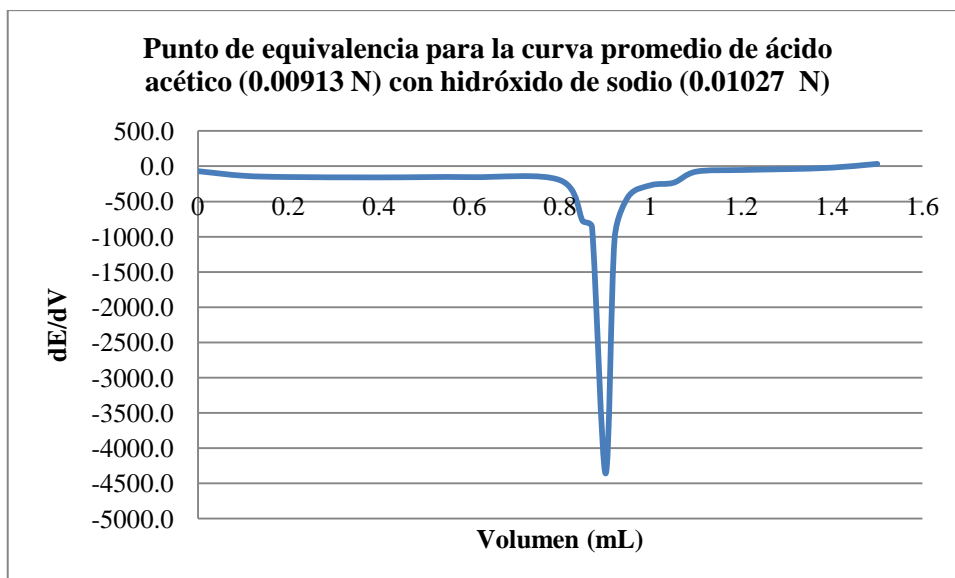
- **Ácido acético (0.0913 N) con hidróxido de sodio (0.1027 N)**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	410.1	24.2	-170.0
0.1	0.1	393.1	26.8	-170.8
0.2	0.2	376.0	30.1	-143.8
0.4	0.2	347.3	31.4	-117.9
0.6	0.2	323.7	30.6	-143.8
0.8	0.05	294.9	32.1	-206.7
0.85	0.02	284.6	30.0	-325.0
0.87	0.03	278.1	29.2	-802.8
0.9	0.02	254.0	79.2	-8112.5
0.92	0.03	91.8	78.9	-1200.0
0.95	0.05	55.8	28.0	-223.3
1	0.05	44.6	24.2	-173.3
1.05	0.05	35.9	24.1	-168.3
1.1	0.1	27.5	24.1	-40.0
1.2	0.1	23.5	23.2	-33.3
1.3	0.1	20.2	23.1	-27.5
1.4	0.1	17.4	23.2	-22.5
1.5	0.1	15.2	23.2	-13.3
1.6	-1.6	13.8	23.3	8.6



- **Ácido acético (0.00913 N) con hidróxido de sodio (0.01027 N)**

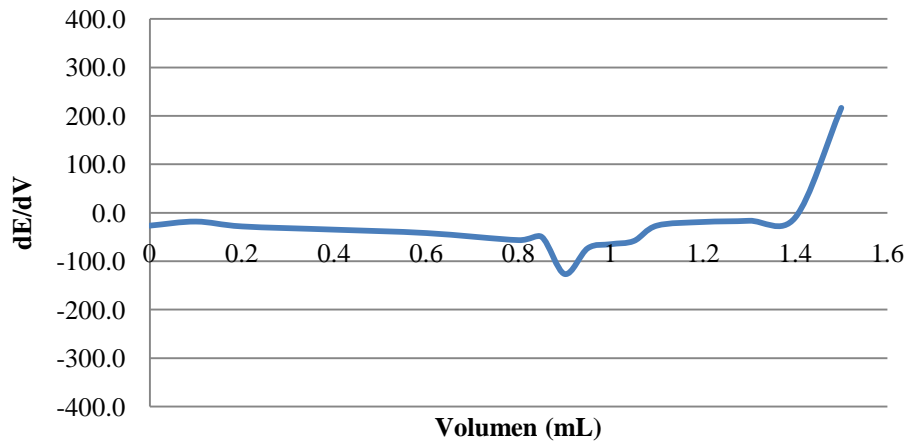
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	399.8	26.0	-69.2
0.1	0.1	392.8	24.4	-134.2
0.2	0.2	379.4	26.9	-152.1
0.4	0.2	349.0	29.3	-157.5
0.6	0.2	317.5	28.4	-153.8
0.8	0.05	286.8	29.1	-198.3
0.85	0.02	276.8	29.3	-783.3
0.87	0.03	261.2	29.0	-861.1
0.9	0.02	235.3	56.0	-4358.3
0.92	0.03	148.2	50.9	-1019.4
0.95	0.05	117.6	32.8	-431.7
1	0.05	96.0	28.9	-268.3
1.05	0.05	82.6	28.3	-233.3
1.1	0.1	70.9	27.2	-75.8
1.2	0.1	63.3	28.3	-52.5
1.3	0.1	58.1	27.7	-40.0
1.4	0.1	54.1	27.3	-19.2
1.5	-1.5	52.2	27.2	34.8



- **Ácido acético (0.00913 N) con hidróxido de sodio (0.01027 N)**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	378.9	25.6	-26.7
0.1	0.1	376.3	25.0	-18.3
0.2	0.2	374.4	25.3	-28.3
0.4	0.2	368.8	25.0	-35.0
0.6	0.2	361.8	25.4	-42.1
0.8	0.05	353.3	26.8	-56.7
0.85	0.05	350.5	26.4	-50.0
0.9	0.05	348.0	26.3	-126.7
0.95	0.05	341.7	28.0	-73.3
1	0.05	338.0	28.4	-65.0
1.05	0.05	334.8	28.3	-58.3
1.1	0.1	331.8	27.8	-26.7
1.2	0.1	329.2	28.0	-19.2
1.3	0.1	327.3	28.4	-16.7
1.4	0.1	325.6	28.6	-10.0
1.5	-1.5	324.6	28.6	216.4

Punto de equivalencia para la curva promedio de ácido acético (0.000913 N) con hidróxido de sodio (0.001027 N)



ANEXO 27

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE EXACTITUD

- Alícuotas de 1 mL

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	455	458	460
0.1	454	457	459
0.2	453	456	458
0.4	451	454	454
0.6	447	450	450
0.8	443	446	445
0.85	439	442	441
0.9	430	433	435
0.95	421	424	426
1	405	408	410
1.05	244	247	400
1.1	185	183	200
1.15	146	145	160
1.2	128	130	141
1.25	118	120	132
1.3	110	112	121
1.35	107	109	118
1.4	105	107	110
1.5	104	105	109
1.6	103	104	108

- **Alícuotas de 2 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	451	458	455
0.2	450	457	454
0.4	449	456	453
0.6	449	455	452
0.8	448	454	451
1	447	453	450
1.2	446	452	449
1.4	444	450	447
1.6	441	447	444
1.8	436	442	439
1.85	430	436	433
1.9	422	430	427
1.95	412	422	415
2	390	411	393
2.05	229	387	234
2.1	169	225	172
2.15	137	180	140
2.2	124	151	127
2.25	110	128	112
2.3	100	114	103
2.35	95	97	97
2.4	93	92	95
2.5	92	89	93
2.6	91	88	91
3	90	87	90

- **Alícuotas de 3 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	454	460	458
0.3	453	459	457
0.6	455	458	456
0.9	454	457	455
1.2	453	456	454
1.5	452	455	453
1.8	451	454	451
2.1	449	452	449
2.4	446	448	446
2.7	441	443	441
2.8	434	436	434
2.85	429	432	430
2.9	421	428	426
2.95	410	420	417
3	385	412	411
3.05	224	387	384
3.1	176	222	219
3.3	142	174	171
3.5	119	140	137
3.7	109	117	114
3.8	100	107	103
3.9	96	98	95
4	94	94	91
4.1	93	92	90
4.5	92	91	87

- **Alícuotas de 4 mL**

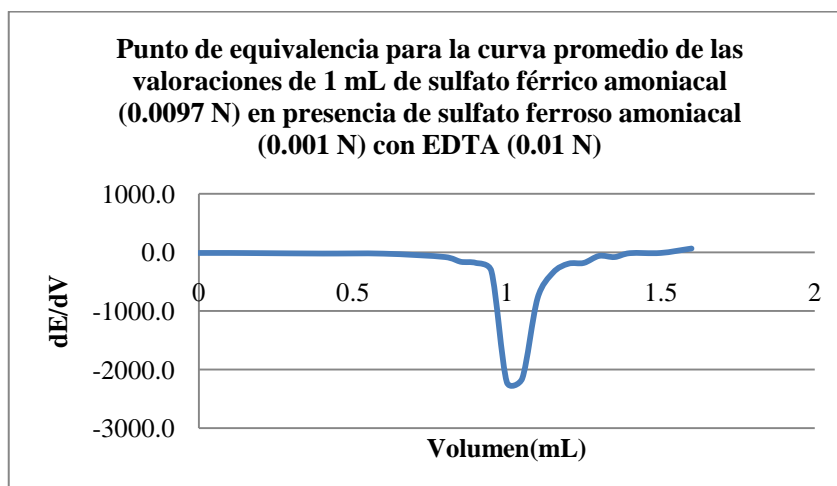
Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	459	462	465
0.4	458	461	463
0.8	457	460	461
1.2	456	459	460
1.6	455	458	459
2	453	457	458
2.4	449	456	457
2.8	441	454	455
3.2	436	450	452
3.6	431	445	447
3.8	426	438	441
3.85	417	434	437
3.9	407	430	433
3.95	395	422	436
4	377	414	417
4.05	220	390	387
4.1	173	226	222
4.2	139	178	174
4.6	105	143	139
5	95	120	116
5.1	91	110	106
5.2	89	107	103
5.5	87	105	102

ANEXO 28

CÁLCULO DEL VOLUMEN DE PUNTO DE EQUIVALENCIA POR EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LAS CURVAS PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE EXACTITUD

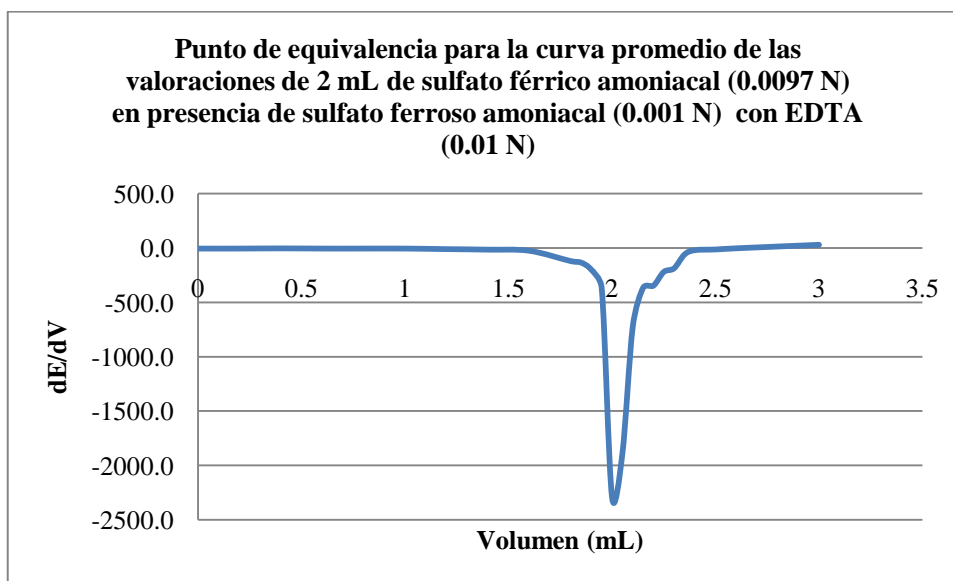
- Alícuotas de 1 mL

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	457.67	22.5	-10.0
0.1	0.1	456.67	22.5	-10.0
0.2	0.2	455.67	22.5	-13.3
0.4	0.2	453.00	21.7	-20.0
0.6	0.2	449.00	21.7	-21.7
0.8	0.05	444.67	21.5	-80.0
0.85	0.05	440.67	21.5	-160.0
0.9	0.05	432.67	22.5	-180.0
0.95	0.05	423.67	22.5	-320.0
1	0.05	407.67	22.5	-2213.3
1.05	0.05	297.00	109.2	-2153.3
1.1	0.05	189.33	29.3	-780.0
1.15	0.05	150.33	28.4	-346.7
1.2	0.05	133.00	27.0	-193.3
1.25	0.05	123.33	27.6	-180.0
1.3	0.05	114.33	25.9	-60.0
1.35	0.05	111.33	25.9	-80.0
1.4	0.1	107.33	22.5	-13.3
1.5	0.1	106.00	22.6	-10.0
1.6	-1.6	105.00	22.6	65.6



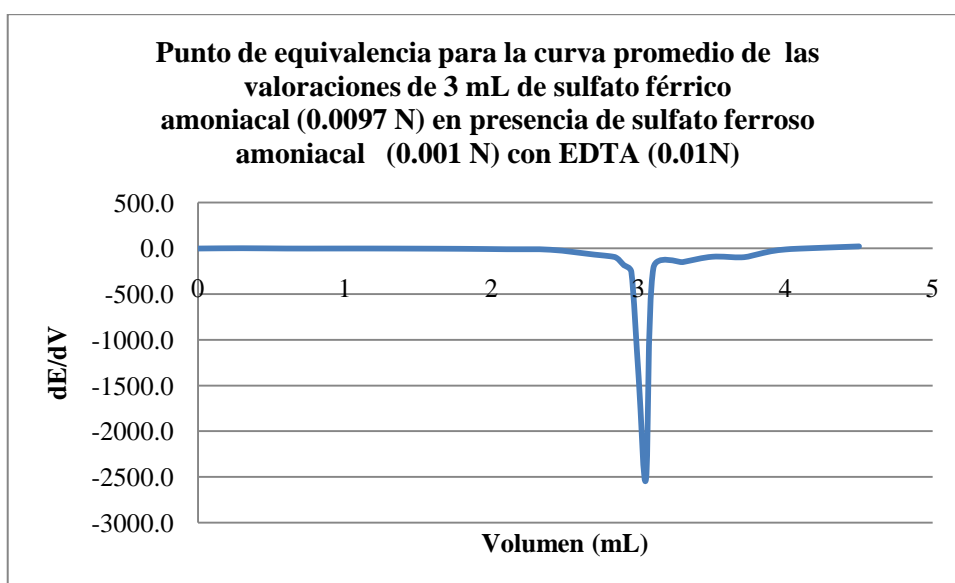
- **Alícuotas de 2 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	454.67	23.5	-5.0
0.2	0.2	453.67	23.5	-5.0
0.4	0.2	452.67	23.5	-3.3
0.6	0.2	452.00	23.0	-5.0
0.8	0.2	451.00	23.0	-5.0
1	0.2	450.00	23.0	-5.0
1.2	0.2	449.00	23.0	-10.0
1.4	0.2	447.00	23.0	-15.0
1.6	0.2	444.00	23.0	-25.0
1.8	0.05	439.00	23.0	-120.0
1.85	0.05	433.00	23.0	-133.3
1.9	0.05	426.33	24.0	-200.0
1.95	0.05	416.33	25.1	-366.7
2	0.05	398.00	31.4	-2293.3
2.05	0.05	283.33	109.8	-1893.3
2.1	0.05	188.67	51.5	-726.7
2.15	0.05	152.33	44.0	-366.7
2.2	0.05	134.00	34.8	-346.7
2.25	0.05	116.67	29.9	-220.0
2.3	0.05	105.67	27.4	-186.7
2.35	0.05	96.33	21.2	-60.0
2.4	0.1	93.33	21.5	-20.0
2.5	0.1	91.33	22.1	-13.3
2.6	0.4	90.00	21.7	-2.5
3	-3	89.00	21.7	29.7



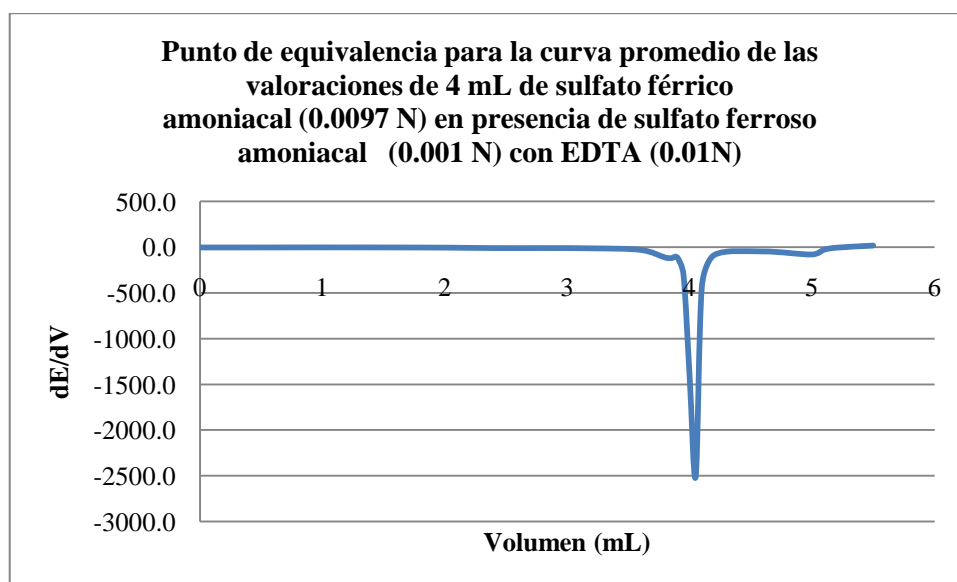
- **Alícuotas de 3 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.3	457.33	23.1	-3.3
0.3	0.3	456.33	23.1	0.0
0.6	0.3	456.33	21.5	-3.3
0.9	0.3	455.33	21.5	-3.3
1.2	0.3	454.33	21.5	-3.3
1.5	0.3	453.33	21.5	-4.4
1.8	0.3	452.00	21.7	-6.7
2.1	0.3	450.00	21.7	-11.1
2.4	0.3	446.67	21.2	-16.7
2.7	0.1	441.67	21.2	-70.0
2.8	0.05	434.67	21.2	-86.7
2.85	0.05	430.33	21.5	-106.7
2.9	0.05	425.00	23.6	-186.7
2.95	0.05	415.67	25.1	-260.0
3	0.05	402.67	35.3	-1420.0
3.05	0.05	331.67	113.3	-2520.0
3.1	0.2	205.67	45.7	-216.7
3.3	0.2	162.33	37.7	-151.7
3.5	0.2	132.00	31.4	-93.3
3.7	0.1	113.33	24.0	-100.0
3.8	0.1	103.33	23.5	-70.0
3.9	0.1	96.33	21.5	-33.3
4	0.1	93.00	21.7	-13.3
4.1	0.4	91.67	21.5	-4.2
4.5	-4.5	90.00	22.6	20.0



- **Alícuotas de 4 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.4	462.00	23.0	-3.3
0.4	0.4	460.67	22.5	-3.3
0.8	0.4	459.33	22.1	-2.5
1.2	0.4	458.33	22.1	-2.5
1.6	0.4	457.33	22.1	-3.3
2	0.4	456.00	22.6	-5.0
2.4	0.4	454.00	24.4	-10.0
2.8	0.4	450.00	27.8	-10.0
3.2	0.4	446.00	28.7	-12.5
3.6	0.2	441.00	28.7	-30.0
3.8	0.05	435.00	27.9	-113.3
3.85	0.05	429.33	30.8	-120.0
3.9	0.05	423.33	34.2	-113.3
3.95	0.05	417.67	40.8	-300.0
4	0.05	402.67	42.3	-1406.7
4.05	0.05	332.33	117.3	-2506.7
4.1	0.1	207.00	49.5	-433.3
4.2	0.4	163.67	41.5	-86.7
4.6	0.4	129.00	40.9	-46.7
5	0.1	110.33	33.4	-80.0
5.1	0.1	102.33	30.0	-26.7
5.2	0.3	99.67	29.5	-5.6
5.5	-5.5	98.00	29.6	17.8



ANEXO 29

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE ROBUSTEZ

- Serie 1

t (°C)	22.1	22.9	23.2	23.6	23.9
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	459	454	456	459	460
0.1	458	453	455	458	459
0.2	457	452	453	456	458
0.4	456	448	450	453	456
0.6	454	443	445	448	452
0.8	452	439	442	445	448
0.85	448	433	435	438	442
0.9	441	427	429	431	436
0.95	431	416	418	421	425
0.97	420	404	406	409	414
1	405	389	391	394	401
1.02	242	235	237	245	389
1.05	187	175	177	189	187
1.1	150	140	142	156	157
1.2	129	119	121	132	134
1.3	117	107	109	114	116
1.4	106	97	99	106	107
1.5	104	95	97	104	106
1.6	103	94	96	102	105

- **Serie 2**

T (°C)	20.3	20.8	21.2	21.4	21.8
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	454	453	460	464	466
0.1	453	452	459	463	465
0.2	452	451	458	462	464
0.4	447	446	453	458	460
0.6	440	439	446	452	456
0.8	432	431	439	445	450
0.85	426	425	428	438	445
0.9	415	414	420	432	439
0.95	397	395	400	409	430
0.97	388	386	389	395	425
1	376	374	378	375	400
1.02	184	182	180	350	382
1.05	140	138	140	143	175
1.1	100	102	108	95	110
1.2	83	85	89	79	88
1.3	78	76	80	67	77
1.4	75	74	77	60	69
1.5	74	72	74	56	65
1.6	73	71	72	55	64

- **Serie 3**

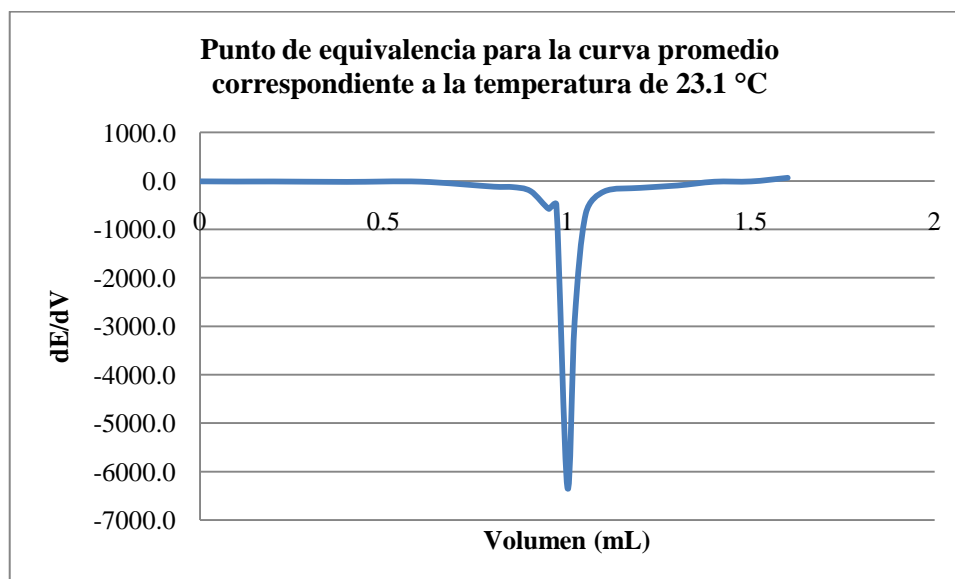
T (°C)	19.1	19.5	19.9	20.3	20.7
Volumen	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	464	459	461	462	463
0.1	463	458	460	461	462
0.2	462	457	459	461	461
0.4	461	456	458	459	460
0.6	457	452	453	455	456
0.8	451	446	448	451	452
0.85	446	442	445	448	447
0.9	440	438	441	443	442
0.95	432	432	435	437	433
0.97	427	421	423	426	427
1	401	414	416	419	400
1.02	385	178	181	184	384
1.05	174	106	110	113	172
1.1	112	89	92	96	110
1.2	85	77	81	85	87
1.3	71	73	76	81	80
1.4	68	69	72	75	76
1.5	66	67	69	72	72
1.6	65	65	68	71	71

ANEXO 30

DETERMINACIÓN DEL VOLUMEN DE PUNTO DE EQUIVALENCIA POR EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA DE LAS CURVAS PROMEDIO PARA LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONIAICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONIAICAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE ROBUSTEZ

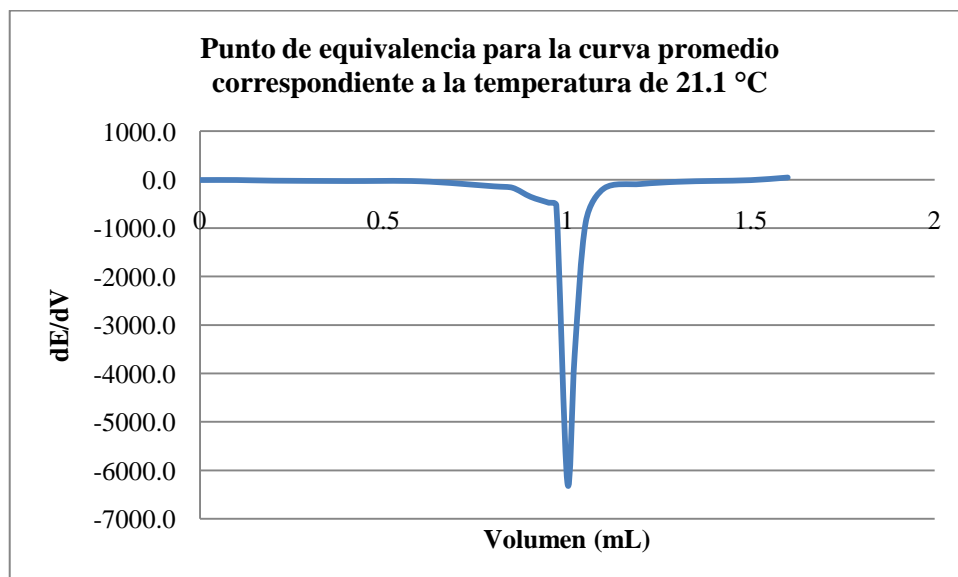
- **Serie 1**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	457.60	22.5	-10.0
0.1	0.1	456.60	22.5	-14.0
0.2	0.2	455.20	22.6	-13.0
0.4	0.2	452.60	23.6	-21.0
0.6	0.2	448.40	24.6	-16.0
0.8	0.05	445.20	25.1	-120.0
0.85	0.05	439.20	26.0	-128.0
0.9	0.05	432.80	25.7	-212.0
0.95	0.02	422.20	26.0	-580.0
0.97	0.03	410.60	26.5	-486.7
1	0.02	396.00	26.8	-6320.0
1.02	0.03	269.60	86.9	-2886.7
1.05	0.05	183.00	26.5	-680.0
1.1	0.1	149.00	27.8	-220.0
1.2	0.1	127.00	26.7	-144.0
1.3	0.1	112.60	24.4	-96.0
1.4	0.1	103.00	24.6	-18.0
1.5	0.1	101.20	24.9	-12.0
1.6	-1.6	100.00	24.7	62.5



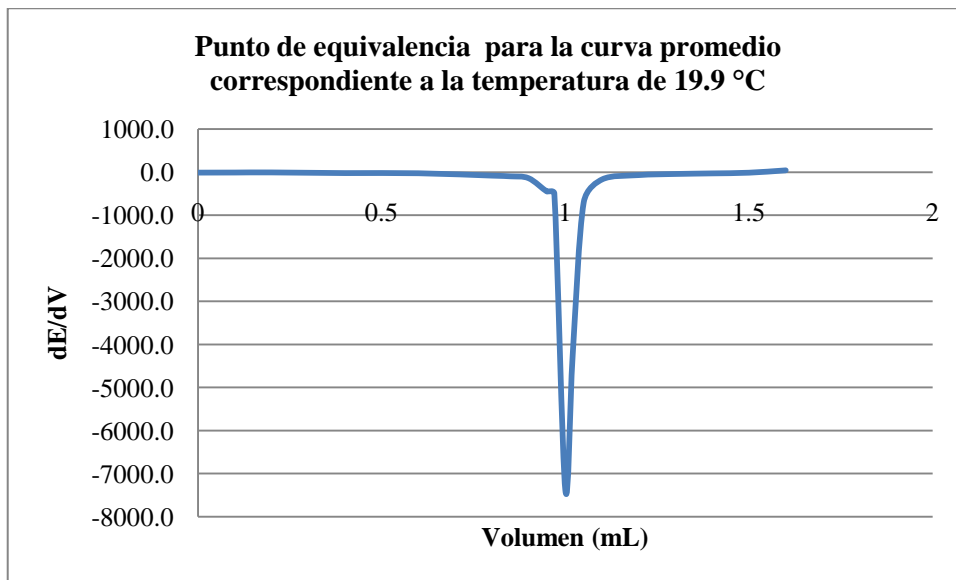
- **Serie 2**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	459.40	25.8	-10.0
0.1	0.1	458.40	25.8	-10.0
0.2	0.2	457.40	25.8	-23.0
0.4	0.2	452.80	26.3	-31.0
0.6	0.2	446.60	27.4	-36.0
0.8	0.05	439.40	28.2	-140.0
0.85	0.05	432.40	28.7	-168.0
0.9	0.05	424.00	31.0	-356.0
0.95	0.02	406.20	34.3	-480.0
0.97	0.03	396.60	36.2	-533.3
1	0.02	380.60	30.9	-6250.0
1.02	0.03	255.60	121.4	-3613.3
1.05	0.05	147.20	35.6	-884.0
1.1	0.1	103.00	26.1	-182.0
1.2	0.1	84.80	24.0	-92.0
1.3	0.1	75.60	25.0	-46.0
1.4	0.1	71.00	26.8	-28.0
1.5	0.1	68.20	27.8	-12.0
1.6	-1.6	67.00	27.6	41.9



- **Serie 3**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	461.80	21.9	-10.0
0.1	0.1	460.80	21.9	-8.0
0.2	0.2	460.00	22.0	-6.0
0.4	0.2	458.80	21.9	-21.0
0.6	0.2	454.60	22.1	-25.0
0.8	0.05	449.60	22.5	-80.0
0.85	0.05	445.60	22.3	-96.0
0.9	0.05	440.80	21.9	-140.0
0.95	0.02	433.80	22.2	-450.0
0.97	0.03	424.80	22.7	-493.3
1	0.02	410.00	28.9	-7380.0
1.02	0.03	262.40	131.5	-4246.7
1.05	0.05	135.00	54.8	-704.0
1.1	0.1	99.80	30.5	-168.0
1.2	0.1	83.00	24.0	-68.0
1.3	0.1	76.20	24.3	-42.0
1.4	0.1	72.00	23.5	-28.0
1.5	0.1	69.20	22.8	-12.0
1.6	-1.6	68.00	23.0	42.5



ANEXO 31

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE REPETIBILIDAD

- Alícuotas de 1 mL

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	464	458	462
0.1	463	457	461
0.2	462	456	460
0.4	460	454	459
0.6	456	450	458
0.8	452	446	454
0.85	448	442	450
0.9	436	433	444
0.95	427	424	430
1	412	408	418
1.05	389	247	241
1.1	163	175	180
1.15	120	136	150
1.2	101	127	135
1.25	87	115	122
1.3	80	107	112
1.35	76	103	107
1.4	74	101	104
1.5	73	100	103
1.6	73	98	101

- **Alicuotas de 2 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	460	463	465
0.2	459	462	464
0.4	458	461	463
0.6	457	460	462
0.8	456	459	461
1	455	457	460
1.2	454	456	458
1.4	452	453	456
1.6	448	449	452
1.8	443	444	447
1.85	438	438	440
1.9	425	432	431
1.95	412	419	422
2	385	398	405
2.05	186	370	378
2.1	151	174	179
2.15	127	140	145
2.2	116	116	120
2.25	110	105	110
2.3	105	95	100
2.35	100	90	95
2.4	98	86	91
2.5	96	82	85
2.6	95	80	83
3	94	79	82

- **Alicuotas de 3 mL**

Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	456	458	461
0.3	455	457	460
0.6	455	456	459
0.9	454	455	458
1.2	453	455	457
1.5	451	453	455
1.8	448	450	452
2.1	446	448	450
2.4	444	446	448
2.7	442	445	447
2.8	435	437	439
2.85	428	430	433
2.9	422	425	427
2.95	412	414	416
3	395	397	403
3.05	374	376	385
3.1	351	175	176
3.3	142	131	135
3.5	109	111	113
3.7	100	102	105
3.8	96	98	98
3.9	94	92	93
4	92	90	91
4.1	91	89	90
4.5	90	88	89

- **Alicuotas de 4 mL**

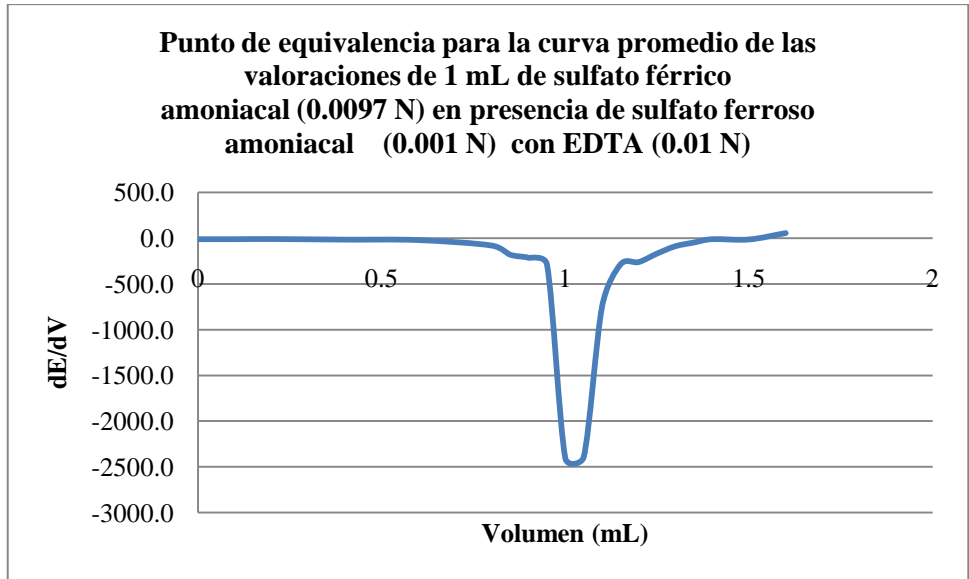
Volumen	I	II	III
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	459	462	464
0.4	458	461	463
0.8	457	460	462
1.2	456	459	461
1.6	455	458	460
2	454	456	458
2.4	450	452	455
2.8	443	444	451
3.2	435	435	443
3.6	427	428	435
3.8	421	422	427
3.85	412	414	419
3.9	406	407	411
3.95	395	394	398
4	381	380	385
4.05	185	365	372
4.1	152	178	186
4.2	119	145	159
4.6	102	101	112
5	95	80	90
5.1	93	74	85
5.2	91	72	83
5.5	90	71	82

ANEXO 32

CÁLCULO DEL VOLUMEN DE PUNTO DE EQUIVALENCIA POR EL MÉTODO DE LA PRIMERA DERIVADA PARA LAS CURVAS PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONIACAL 0.0097 N EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONIACAL 0.001 N CON EDTA 0.0100 N. PRUEBA DE REPETIBILIDAD

- Alícuotas de 1 mL

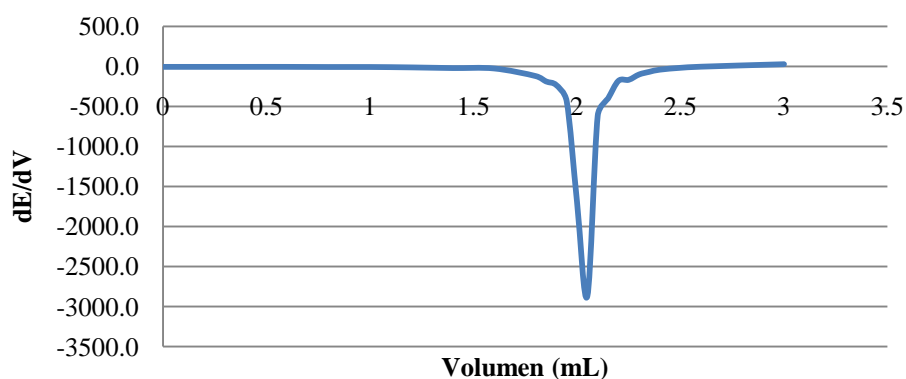
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	461.33	23.1	-10.0
0.1	0.1	460.33	23.1	-10.0
0.2	0.2	459.33	23.1	-8.3
0.4	0.2	457.67	23.2	-15.0
0.6	0.2	454.67	24.2	-20.0
0.8	0.05	450.67	24.2	-80.0
0.85	0.05	446.67	24.2	-180.0
0.9	0.05	437.67	25.7	-213.3
0.95	0.05	427.00	23.0	-286.7
1	0.05	412.67	25.0	-2406.7
1.05	0.05	292.33	103.8	-2393.3
1.1	0.05	172.67	28.7	-746.7
1.15	0.05	135.33	35.0	-286.7
1.2	0.05	121.00	37.8	-260.0
1.25	0.05	108.00	38.5	-166.7
1.3	0.05	99.67	37.2	-86.7
1.35	0.05	95.33	36.9	-46.7
1.4	0.1	93.00	36.5	-10.0
1.5	0.1	92.00	36.5	-13.3
1.6	-1.6	90.67	35.4	56.7



- **Alícuotas de 2 mL**

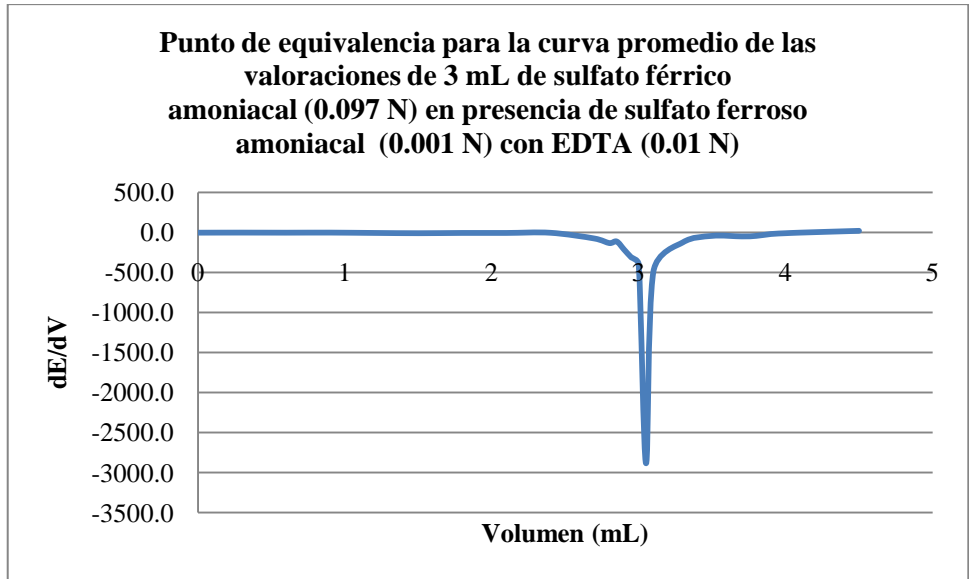
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.2	462.67	22.5	-5.0
0.2	0.2	461.67	22.5	-5.0
0.4	0.2	460.67	22.5	-5.0
0.6	0.2	459.67	22.5	-5.0
0.8	0.2	458.67	22.5	-6.7
1	0.2	457.33	22.5	-6.7
1.2	0.2	456.00	22.0	-11.7
1.4	0.2	453.67	22.1	-20.0
1.6	0.2	449.67	22.1	-25.0
1.8	0.05	444.67	22.1	-120.0
1.85	0.05	438.67	21.2	-186.7
1.9	0.05	429.33	23.8	-233.3
1.95	0.05	417.67	25.1	-433.3
2	0.05	396.00	30.1	-1693.3
2.05	0.05	311.33	128.6	-2866.7
2.1	0.05	168.00	34.9	-613.3
2.15	0.05	137.33	29.3	-400.0
2.2	0.05	117.33	22.3	-180.0
2.25	0.05	108.33	22.9	-166.7
2.3	0.05	100.00	25.0	-100.0
2.35	0.05	95.00	25.0	-66.7
2.4	0.1	91.67	26.0	-40.0
2.5	0.1	87.67	27.4	-16.7
2.6	0.4	86.00	27.9	-2.5
3	-3	85.00	27.9	28.3

Punto de equivalencia para la curva promedio de las valoraciones de 2 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.001 N)



- **Alicuotas de 3 mL**

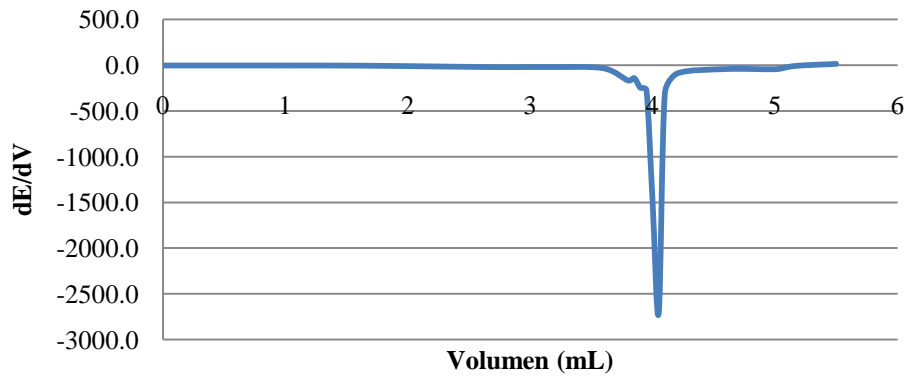
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.3	458.33	22.5	-3.3
0.3	0.3	457.33	22.5	-2.2
0.6	0.3	456.67	22.1	-3.3
0.9	0.3	455.67	22.1	-2.2
1.2	0.3	455.00	22.0	-6.7
1.5	0.3	453.00	22.0	-10.0
1.8	0.3	450.00	22.0	-6.7
2.1	0.3	448.00	22.0	-6.7
2.4	0.3	446.00	22.0	-4.4
2.7	0.1	444.67	22.5	-76.7
2.8	0.05	437.00	22.0	-133.3
2.85	0.05	430.33	22.5	-113.3
2.9	0.05	424.67	22.5	-213.3
2.95	0.05	414.00	22.0	-313.3
3	0.05	398.33	24.2	-400.0
3.05	0.05	378.33	25.9	-2886.7
3.1	0.2	234.00	121.3	-490.0
3.3	0.2	136.00	25.6	-125.0
3.5	0.2	111.00	22.0	-43.3
3.7	0.1	102.33	22.5	-50.0
3.8	0.1	97.33	21.2	-43.3
3.9	0.1	93.00	21.0	-20.0
4	0.1	91.00	21.0	-10.0
4.1	0.4	90.00	21.0	-2.5
4.5	-4.5	89.00	21.0	19.8



- **Alicuotas de 4 mL**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.4	461.67	22.5	-2.5
0.4	0.4	460.67	22.5	-2.5
0.8	0.4	459.67	22.5	-2.5
1.2	0.4	458.67	22.5	-2.5
1.6	0.4	457.67	22.5	-4.2
2	0.4	456.00	22.0	-9.2
2.4	0.4	452.33	22.5	-15.8
2.8	0.4	446.00	24.4	-20.8
3.2	0.4	437.67	24.6	-19.2
3.6	0.2	430.00	24.4	-33.3
3.8	0.05	423.33	23.2	-166.7
3.85	0.05	415.00	23.6	-140.0
3.9	0.05	408.00	22.6	-246.7
3.95	0.05	395.67	22.1	-273.3
4	0.05	382.00	22.6	-1493.3
4.05	0.05	307.33	126.0	-2706.7
4.1	0.1	172.00	37.8	-310.0
4.2	0.4	141.00	40.3	-90.0
4.6	0.4	105.00	26.1	-41.7
5	0.1	88.33	27.6	-43.3
5.1	0.1	84.00	29.5	-20.0
5.2	0.3	82.00	29.5	-3.3
5.5	-5.5	81.00	29.5	14.7

Punto de equivalencia para la curva promedio de las valoraciones de 4 mL de sulfato férrico amoniacal (0.0097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.001 N) con EDTA (0.01 N)



ANEXO 33

POTENCIALES OBTENIDOS PARA CADA UNA DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONIACAL EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONIACAL CON EDTA PARA LA PRUEBA DEL LÍMITE DE DETECCIÓN.

- **Sulfato férrico amoniacal 0.00972 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.001 N con EDTA 0.01 N**

3 Muestras Serie 1				4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3				
Volumen	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	455	456	458	462	454	457	460	465	463	460	461	463
0.1	453	454	457	461	453	456	459	464	462	459	460	462
0.2	452	453	456	460	452	455	458	463	461	458	459	461
0.4	448	450	455	459	451	454	457	462	460	455	458	460
0.6	440	444	452	455	447	450	452	458	457	450	453	457
0.8	433	437	445	450	435	441	443	452	450	441	444	451
0.85	427	430	438	444	428	431	433	441	439	430	433	445
0.9	417	421	430	435	418	420	423	435	432	420	423	433
0.95	397	399	421	424	397	399	402	423	421	400	403	410
0.97	389	385	417	419	388	386	390	412	410	389	392	396
1	376	372	397	394	374	372	375	394	391	378	380	382
1.02	182	178	189	184	182	179	352	371	368	180	182	185
1.05	130	151	155	152	138	136	176	185	179	140	139	141
1.1	97	122	130	127	102	101	129	138	135	103	101	107
1.2	83	95	105	102	85	84	97	105	102	85	87	92
1.3	78	87	93	91	76	77	89	94	92	80	84	88
1.4	75	80	89	86	74	73	85	90	90	77	81	86
1.5	74	78	87	85	72	71	83	88	89	74	79	84
1.6	73	77	86	84	71	70	82	87	88	72	77	82

- **Sulfato férrico amoniacal 0.0048 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0005 con EDTA 0.005 N**

3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3					
Volumen	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	462	465	466	459	460	461	463	465	466	462	464	463
0.1	461	464	465	458	459	460	463	464	465	461	463	462
0.2	460	463	464	457	458	459	462	463	464	460	462	461
0.4	459	462	463	456	457	458	461	462	463	459	461	460
0.6	455	457	459	453	454	455	459	460	461	457	460	459
0.8	449	452	454	450	451	453	456	457	458	452	456	455
0.85	444	448	450	446	447	448	450	450	452	448	451	450
0.9	439	441	444	440	442	443	445	444	447	439	445	446
0.95	428	432	435	431	433	435	436	435	438	427	438	440
0.97	421	423	426	422	424	426	427	425	429	416	429	431
1	412	415	418	405	407	410	419	417	419	404	417	420
1.02	205	208	212	201	204	206	405	403	402	387	207	210
1.05	167	170	175	164	166	162	203	206	203	198	165	168
1.1	138	141	149	135	138	135	164	165	162	155	139	142
1.2	112	117	123	110	114	120	136	140	147	135	125	130
1.3	104	109	115	101	104	113	122	127	138	122	117	122
1.4	99	105	110	97	100	110	115	120	135	119	114	118
1.5	97	102	107	95	98	107	112	117	133	117	112	116
1.6	96	101	106	94	97	105	110	115	132	115	110	115

- **Sulfato férrico amoniacal 0.00097 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0001 con EDTA 0.001 N**

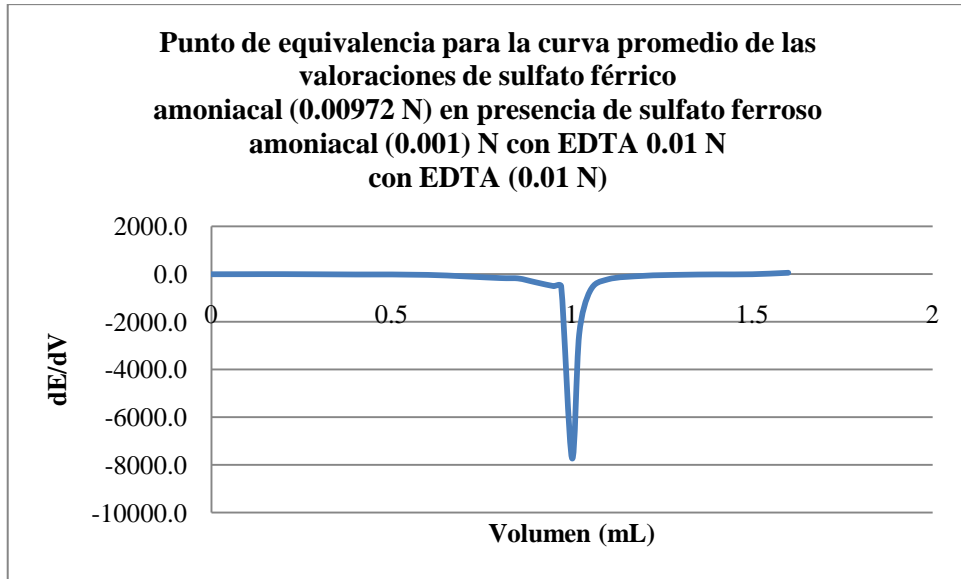
3 Muestras Serie 1			4 Muestras Serie 2				5 Muestras Serie 3					
Volumen	I	II	III	I	II	III	IV	I	II	III	IV	V
mL	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)	E (mV)
0	478	478	480	482	481	483	472	470	475	477	479	480
0.1	476	477	479	481	480	482	471	469	474	476	478	479
0.2	475	476	478	480	479	481	470	468	473	475	477	478
0.4	474	475	477	479	478	480	469	467	472	474	476	477
0.6	471	472	475	478	477	479	468	466	470	473	475	476
0.8	469	469	472	476	475	477	466	465	468	472	474	475
0.85	467	466	469	474	473	475	464	463	466	470	472	474
0.9	465	464	466	472	471	473	462	461	464	467	470	472
0.95	462	461	463	469	469	469	459	459	462	463	467	470
0.97	458	456	458	465	466	466	457	456	459	460	465	467
1	452	453	455	459	463	462	456	454	456	455	463	464
1.02	445	447	449	454	458	459	453	450	450	449	460	461
1.05	439	442	445	451	455	456	449	447	446	443	458	459
1.1	436	438	441	449	452	454	446	444	443	440	456	457
1.2	434	436	439	448	450	452	444	441	442	438	453	455
1.3	432	434	437	447	448	450	442	439	440	436	452	452
1.4	430	432	435	446	447	448	441	437	439	434	451	450
1.5	428	431	434	445	446	447	440	436	438	433	450	449
1.6	427	430	433	444	445	446	439	435	437	432	449	447

ANEXO 34

CALCULO DE LOS VOLUMENES DE PUNTO DE EQUIVALENCIA PARA LA CURVA PROMEDIO DE LAS VALORACIONES DE SULFATO FÉRRICO AMONICAL EN PRESENCIA DE SULFATO FERROSO AMONICAL CON EDTA. PRUEBA DEL LÍMITE DE DETECCIÓN.

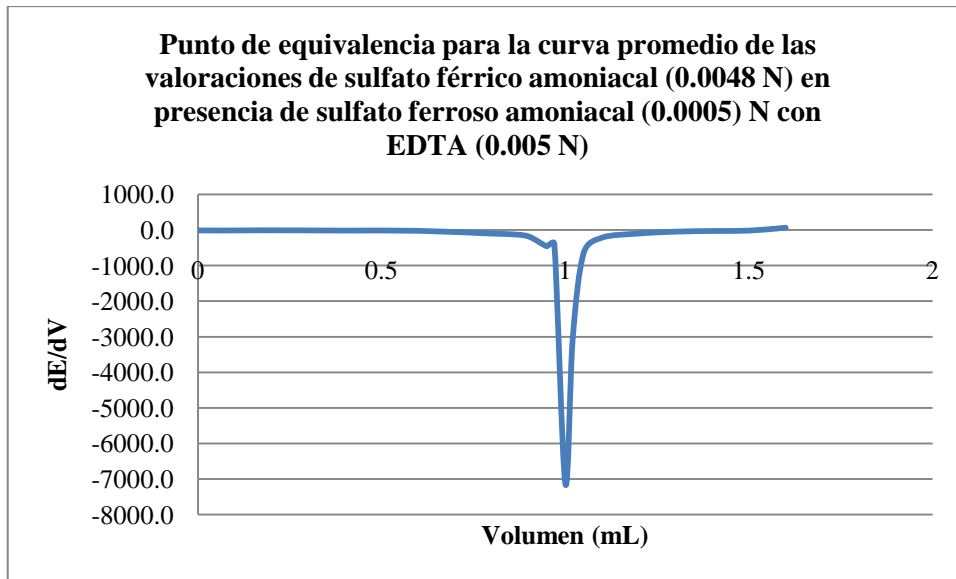
- Sulfato férrico amoniacal 0.00972 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.001 N con EDTA 0.01 N

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	459.50	23.5	-11.7
0.1	0.1	458.33	23.7	-10.0
0.2	0.2	457.33	23.7	-7.9
0.4	0.2	455.75	24.4	-22.5
0.6	0.2	451.25	25.5	-38.8
0.8	0.05	443.50	26.4	-171.7
0.85	0.05	434.92	26.2	-186.7
0.9	0.05	425.58	26.9	-351.7
0.95	0.02	408.00	31.1	-512.5
0.97	0.03	397.75	32.9	-522.2
1	0.02	382.08	29.4	-7720.8
1.02	0.03	227.67	102.2	-2527.8
1.05	0.05	151.83	38.5	-716.7
1.1	0.1	116.00	35.4	-225.0
1.2	0.1	93.50	28.6	-77.5
1.3	0.1	85.75	26.6	-35.8
1.4	0.1	82.17	26.3	-18.3
1.5	0.1	80.33	26.5	-12.5
1.6	-1.6	79.08	26.6	49.4



- **Sulfato férrico amoniacal 0.0048 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0005 con EDTA 0.005 N**

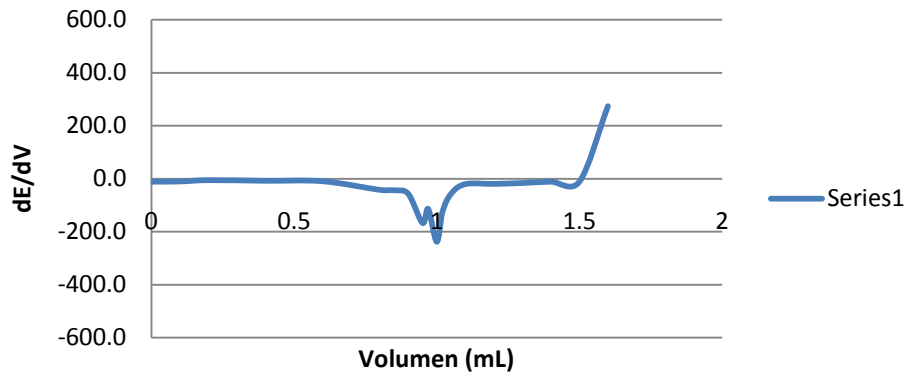
Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	463.00	22.3	-9.2
0.1	0.1	462.08	22.3	-10.0
0.2	0.2	461.08	22.3	-5.0
0.4	0.2	460.08	22.3	-13.3
0.6	0.2	457.42	22.6	-19.2
0.8	0.05	453.58	22.9	-98.3
0.85	0.05	448.67	22.3	-115.0
0.9	0.05	442.92	22.7	-178.3
0.95	0.02	434.00	24.0	-454.2
0.97	0.03	424.92	24.1	-377.8
1	0.02	413.58	25.8	-7137.5
1.02	0.03	270.83	115.0	-3063.9
1.05	0.05	178.92	37.8	-640.0
1.1	0.1	146.92	31.6	-211.7
1.2	0.1	125.75	31.9	-95.8
1.3	0.1	116.17	30.8	-43.3
1.4	0.1	111.83	30.8	-24.2
1.5	0.1	109.42	30.8	-14.2
1.6	-1.6	108.00	30.7	67.5



- **Sulfato férrico amoniacal 0.00097 N en presencia de sulfato ferroso amoniacal 0.0001 con EDTA 0.001 N**

Vol. mL	dV	E promedio(mV)	DESV + 20	dE/dV
0	0.1	477.92	23.9	-10.8
0.1	0.1	476.83	23.9	-10.0
0.2	0.2	475.83	23.9	-5.0
0.4	0.2	474.83	23.9	-7.5
0.6	0.2	473.33	24.1	-9.2
0.8	0.05	471.50	24.0	-41.7
0.85	0.05	469.42	24.2	-43.3
0.9	0.05	467.25	24.2	-56.7
0.95	0.02	464.42	24.1	-166.7
0.97	0.03	461.08	24.3	-113.9
1	0.02	457.67	24.3	-237.5
1.02	0.03	452.92	25.4	-125.0
1.05	0.05	449.17	26.6	-56.7
1.1	0.1	446.33	27.2	-20.0
1.2	0.1	444.33	27.1	-19.2
1.3	0.1	442.42	27.1	-15.8
1.4	0.1	440.83	27.4	-10.8
1.5	0.1	439.75	27.5	-10.8
1.6	-1.6	438.67	27.4	274.2

Punto de equivalencia para la curva promedio de las valoraciones de sulfato férrico amoniacal (0.00097 N) en presencia de sulfato ferroso amoniacal (0.0001 N) con EDTA (0.001 N)



BIBLIOGRAFÍA

1. Harris C. Daniel. Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Reverté, España, 2001, pp 495 – 497, 451 – 455 y 637 – 639.
2. Vogel I. Arthur. Química Analítica Cuantitativa, Volumen II. 2ª edición. Editorial Kapelusz, Buenos Aires, Argentina. pp 1023 – 1025.
3. Day RA. Química Analítica Cuantitativa. 5ª edición. Editorial Prentice Hall Hispanoamericana, México, 1989. pp 379 – 381, 459, 460
4. Apuntes de Espectrofotometría. Florencio de la Torre. Universidad Girona.
5. Latinen Herbert. Análisis Químico. Editorial Reverté, Barcelona, 1982. pp 495 – 497.
6. Guía de Cromatografía. Universidad Central de Venezuela, Escuela de Química, Escuela de Ciencias. Caracas, Venezuela, 2008.
7. Métodos Potenciométricos. Ing. Carlos Brunatti – Ing. Hernán de Napoli
8. Rincón Arce Sonia y Pérez Saavedra José de Jesús. Potenciometría con volúmenes a microescala en educación. Revista Educación Química. ISSN 0187-893-X. Segunda Época, 14 (3), 148-151, 2003.
9. Ultramicrovaloraciones Potenciométricas Ácido-Base. I.Q. Celedonio Pérez Ramírez. Septiembre 2008.
10. Ultramicrovaloración (UVM) Potenciométrica de Sulfato Ferroso Amoniacal con tres Diferentes Sistemas Oxidantes. I.Q. Yasmín Ivette Valencia Ahedo. Junio 2007.
11. Ultramicrovaloraciones Potenciométricas que involucran al Ion Plata. IQ Fátima Escamilla Calderón, IQ. César Alberto Lara Zamora. Enero 2010.
12. Electrodo de Platino para Microvaloraciones Ácido – Base. Q. Mario Alberto Ruiz Escoto. Junio 2008.
13. Orozco D. Fernando. Análisis Químico Cuantitativo. 20ª edición. Editorial Porrúa, México D.F. pp. 369 – 372

14. Clavijo Díaz Alfonso. Fundamentos de Química analítica: equilibrio iónico y análisis químico. Universidad de Colombia. pp. 27 -63
(Obtenido de:
[http://books.google.com.mx/books?id=E680F3D40nsC&pg=PA27&lpg=PA26&ots=W2Ks571v_n&dq=Validacion+de+los+metodos+de+titulacion+\(valoracion\)#v=onepage&q&f=false](http://books.google.com.mx/books?id=E680F3D40nsC&pg=PA27&lpg=PA26&ots=W2Ks571v_n&dq=Validacion+de+los+metodos+de+titulacion+(valoracion)#v=onepage&q&f=false))
15. Swartz Michael, Analytical method development and validation. Marcel Dekker INC. USA, 1997, pp 53 - 67