



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

**Construcción de Microelectrodos Combinados Electropulido-
Electropulido para Efectuar Ultramicrovaloraciones Acido-Base**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

AVELINO TABOADA DAVID

REYES GUTIÉRREZ SAÚL YAIR

ASESOR: DR. JOSÉ DE JESÚS PÉREZ SAAVEDRA

CUAUTILÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO 2017



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Agradecimientos

Queremos agradecer principalmente a nuestra Universidad Nacional Autónoma de México por darnos la oportunidad de adquirir los conocimientos para poder concluir nuestra carrera profesional.

A nuestra Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán Campo Uno por abrirnos sus puertas, la cual se convirtió en nuestro segundo hogar. Y brindarnos las herramientas necesarias para poder desarrollarnos tanto académica como personalmente.

A cada uno de los catedráticos que nos compartieron sus conocimientos científicos, laborales y personales para poder ejercer nuestra carrera de una manera ética y profesional, en especial a las profesoras Gabriela Irais Cortés Aguilar, Abigail Martínez Estrada y María Elena Quiroz Macías.

A nuestros sinodales, por brindarnos un poco de su tiempo para revisar este trabajo y ayudarnos con sus comentarios para así realizar un trabajo al nivel de esta gran institución.

A nuestra querida profesora Sonia Rincón Arce por darnos su apoyo y cariño incondicional, así como preocuparse por nosotros durante nuestra estancia en la carrera.

Y en especial a nuestro profesor, asesor y amigo José de Jesús Pérez Saavedra por confiar en nosotros y nunca perder la fe, sin duda alguna fue uno de nuestros grandes pilares durante esta hermosa experiencia, estaremos eternamente agradecidos por siempre estar ahí con nosotros.

También queremos agradecer al programa UNAM-DGAPA-PAPIME PE201212 y al señor XXX que sin su apoyo nada de esto hubiera sido posible.

Nada en esta vida se puede hacer solo, este logro es fruto del esfuerzo y apoyo incondicional de a quienes considero los pilares de mi vida. Y a quienes quiero dedicar este triunfo.

A mis papás, por darme el apoyo necesario para siempre poder cumplir mis metas, por los sacrificios que hicieron para poder darme las herramientas necesarias sin importar lo difícil que les haya sido. Por darme la educación y los valores fundamentales para ser la persona que ahora soy, por enseñarme que no debo olvidar de dónde vengo y siempre ser humilde día a día sin importar donde este. Gracias por ser los pilares de mi vida y por estar conmigo en buenas y malas.

A mis hermanas por hacer de mi vida algo maravilloso, por brindarme buenas experiencias y por siempre estar juntos sin importar las circunstancias. Sé que estarán conmigo cuando las necesite y yo estaré con ustedes cuando me necesiten. Festejando nuestros logros y apoyándonos en situaciones adversas. Siempre serán una parte importante de mi vida.

A mi abuelita Nasaria que en donde quiera que este, sé que está orgullosa de la persona en que me he convertido y los objetivos que he logrado.

A mi maravillosa novia Adriana, ya que sin ti esta aventura habría sido muy diferente. Tú has logrado que sea una mejor persona, me has apoyado en todo lo que he realizado. Me has ayudado y me has regañado cuando es necesario. Me has motivado a ser cada día mejor y superar mis propias expectativas, sin duda eres uno de los pilares más importantes en mi vida. Muchas gracias por tu apoyo incondicional, Te Amo.

A mi gran amigo Uriel por estar conmigo siempre, apoyándonos mutuamente en todo tipo de situaciones buenas o malas. Sin importar que tanto o que tan poco nos veamos sabes que siempre serás mí hermano, gracias a ti he aprendido a luchar por mis sueños, nunca bajar la cara y seguir adelante por difícil que parezca el camino. En verdad amigo mil gracias por todo.

A mis mejores amigos Ricardo, Sarahi, Haydee y Yeishel; por haberme apoyado a lo largo esta etapa, sé que aún tenemos muchas cosas por vivir. Y siempre estaremos juntos celebrando los triunfos de cada uno de nosotros. Gracias por su increíble amistad.

Por ultimo a Yair, mi amigo y compañero, no solo de tesis, sino de toda esta aventura que apenas esta comenzando. Gracias por haber formado parte de esta etapa que está por concluir, pero sin duda una mejor está por comenzar para ambos. Sabes que en mí siempre tendrás un amigo al cual puedes acudir cuando lo necesites. Estoy muy agradecido por haberte conocido y por brindarme tu amistad. Gracias y te deseo lo mejor hoy y siempre.

El terminar este ciclo no solo es mérito mío, siempre he tenido detrás de mí a personas que me han apoyado incondicionalmente para alcanzar cada uno de los objetivos que día a día me planteo y a quienes quiero dedicarles este logro.

A mis padres, porque siempre han visto por mi bienestar, porque han visto la manera de proveerme de cada una de las herramientas necesarias para alcanzar mis objetivos, enseñándome que todo es posible si siempre luchamos por lo que amamos, que la única persona que nos puede detener somos nosotros mismos y que la humildad y la dedicación son la clave del éxito, gracias por darme todo incondicionalmente.

A mi abuelita que sin importar nada siempre está para mí, porque desde pequeño cuidaste y viste por mi bienestar, eres pilar principal de nuestra familia y un ejemplo para cada uno de nosotros, tu mejor que nadie me enseñaste a ser humilde y a luchar por mis objetivos y en gran parte soy lo que soy gracias a lo que haces por nuestra familia.

A Eric, quien siempre está a mi lado en buenas y malas, sin importar las diferencias que tengamos siempre estaremos juntos, aplaudiendo los logros y apoyándonos en momentos difíciles.

A mi tía Claudia, quien es como una segunda madre para mí, porque siempre me cuidaste y estuviste a mi lado en cada uno de mis logros y tropiezos y sé que sin importar de la distancia siempre estarás para mí.

A mi amada Sol, por creer siempre en mí, ya que eres uno de los pilares de mi vida, sin tu amor y apoyo incondicional nada de esto sería posible, siempre has estado en los momentos más difíciles apoyándome, tu cariño siempre ha sido mi más grande motivación para poder alcanzar cada uno de mis objetivos, tu compañía me ha ayudado a crecer personalmente y por lo que te estaré agradecido eternamente. Te amo.

A Viry y Ezequiel, porque más que mis amigos son mis hermanos, porque siempre confían en mí y nunca me dejan solo, no importa que tan difícil sea la situación que viva sé que contare con ustedes y saben que siempre contarán conmigo, es un honor ser su amigo.

A mis mejores amigos por siempre estar ahí apoyándome y cuidando de mí, por regalarme un poco de su tiempo para escuchar mis logros y tropiezos, por ayudar a levantarme cada vez que caía y por siempre confiar en mí, gracias.

Y finalmente a mi compañero y amigo David, por acompañarme durante todo este camino, he aprendido mucho de ti y siempre estaré agradecido por brindarme tu amistad y apoyarme incondicionalmente, eres una magnífica persona. Conseguir este logro juntos significa mucho para mí y sé que seguiremos creciendo juntos, estoy orgulloso de ti.

Contenido

1	Resumen	9
2	Objetivos.....	10
3	Generalidades.....	11
3.1	Potenciometría	11
3.2	Electrodos	12
3.2.1	Definición.....	12
3.2.2	Principio de funcionamiento	12
3.3	Ecuación de Nerst	13
3.4	Valoraciones.....	13
3.4.1	Curvas de valoración	14
3.4.2	Punto de equivalencia	14
3.4.3	Valoración ácido-base	15
3.4.4	Valoraciones potenciométricas	15
3.5	Electropulido.....	16
3.6	Intervalos de Confianza	17
3.6.1	T de student.....	17
4	Procedimiento Experimental.....	18
4.1	Tratamiento de dos alambres de acero 316.....	18
4.2	Determinación experimental de la linealidad	18
4.3	Construcción de los microelectrodos	20
4.4	Pretratamiento de los microelectrodos.....	21
4.5	Ultramicrovaloraciones.....	22
5	Resultados y análisis	23
5.1	Linealidad de microelectrodos	23
5.2	Curvas de valoración microelectrodo 1	25
5.3	Curvas de valoración microelectrodo 2	30
5.4	Curvas de valoración microelectrodo 3	35
5.5	Determinación de puntos de equivalencia por el método de la primera derivada 40	
5.5.1	Determinación de la concentración de NaOH con electrodo convencional ..	40
5.5.2	Determinación de la concentración de H ₃ PO ₄ con electrodo convencional ..	42
5.5.3	Determinación de la concentración de H ₃ PO ₄ con microelectrodo electropulido	42

5.6	Error experimental.....	43
5.7	Análisis estadístico (t de student).....	43
6	Conclusiones.....	46
7	Bibliografía.....	47
8	Anexo 1: Material y equipo	49
9	Anexo 2: Preparación de soluciones	50
9.1	Hidróxido de sodio.....	50
9.2	Ácido fosfórico	50
9.3	Ácido clorhídrico	51
9.4	Nitrato de potasio (KNO ₃).....	51
11	Anexo 3: Linealidad de microelectrodos	52
12	Anexo 4: Estandarización de soluciones.....	53
12.1	Hidróxido de Sodio (NaOH)	53
12.2	1ra Derivada NaOH electrodo convencional.....	54
12.3	Ácido fosfórico (H ₃ PO ₄)	57
12.4	1ra Derivada H ₃ PO ₄ electrodo convencional	61
13	Anexo 5: Determinación de la concentración de H ₃ PO ₄ con microelectrodos.....	68
13.1	1ra Derivada H ₃ PO ₄ microelectrodo 1.....	68
13.2	1ra Derivada H ₃ PO ₄ microelectrodo 2	76
13.3	1ra Derivada H ₃ PO ₄ electrodo 3.....	84
14	Anexo 6: Análisis estadístico de la t de Student.....	93
14.1	Microelectrodo 1.....	93
14.2	Microelectrodo 3.....	93

1 Resumen

Las innovaciones potenciométricas, están en evolución constante, más en esta época de profundo cambio tecnológico. La finalidad de este proyecto es el desarrollo de sensores de potencial eléctrico, con base en microelectrodos de acero inoxidable electropulidos, sencillos de elaborar, de bajo costo y con una gran versatilidad en su diseño estructural para realizar valoraciones potenciométricas de ácido-base. El sistema estudiado fue ácido fosfórico con hidróxido de sodio.

Se utilizaron dos microelectrodos electropulidos combinados (ME-ME) uno como microelectrodo indicador y otro como microelectrodo de referencia; se compararon las geometrías y los puntos de equivalencia obtenidos a partir de las ultramicrovaloraciones de los microelectrodos, con las valoraciones de un electrodo convencional de vidrio.

Finalmente, los alambres de acero 316 tratados con una mezcla de trióxido de cromo y ácido sulfúrico, sometidos a una intensidad de corriente de 0.5 A durante 45 segundos, forman sobre la superficie una monocapa de metaóxidos que responden de manera lineal al pH, implicando que si con el microelectrodo electropulido se mide el potencial electroquímico generado por una solución que contenga un ácido o una base y se obtiene la misma geometría con respecto a un electrodo convencional de vidrio, se puede concluir que no existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos con el electrodo convencional de vidrio y el microelectrodo elaborado. La cantidad de residuos generados durante una ultramicrovaloración es de 0.6 mL mientras que una valoración convencional tiene una generación de 10 mL por lo se redujo la cantidad de residuos químicos.

2 Objetivos

- 2.1. Diseñar y construir microelectrodos electropulidos por medio de un ataque electroquímico a alambres de acero 316, con los que se puedan llevar a cabo ultramicrovaloraciones ácido-base.
- 2.2. Generar la metodología adecuada para construir microelectrodos electropulidos combinados con el fin de utilizarlos en la ultramicrovaloración de ácido fosfórico con hidróxido de sodio.
- 2.3. Comparar la geometría de las curvas de valoración obtenidas de los microelectrodos electropulidos combinados con las curvas obtenidas de un electrodo convencional de vidrio
- 2.4. Determinar la confiabilidad de reproducción de las ultramicrovaloraciones realizando un análisis estadístico utilizando los puntos de equivalencia para ello.

3 Generalidades

3.1 Potenciometría

Por casi un siglo, las técnicas potenciométricas han sido utilizadas para encontrar puntos finales en valoraciones (o titulaciones). En métodos más recientes las concentraciones de un ion se miden de manera directa del potencial de electrodos de membrana ion-selectivos. Estos electrodos están relativamente libres de interferencias y son un medio rápido, conveniente y no destructivo para determinar cuantitativamente numerosos aniones y cationes de importancia.¹ (Skoog, 2015)

La potenciometría se basa en el fundamento de una celda electroquímica (figura 1) y la señal analítica que se mide es su potencial eléctrico. Es bien conocido que las reacciones redox (implican transferencia de electrones) se pueden realizar por mezcla directa de sus componentes o sin contacto directo entre ellos mediante una celda.² (Belarra, 2011)

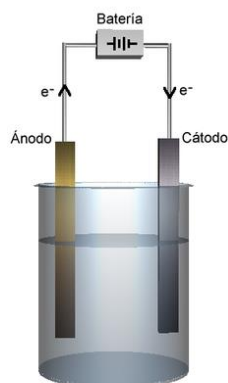


Figura 1. Celda electroquímica.

Toda determinación potenciométrica se fundamenta en una medida de potencial, en condiciones de corriente nula, entre dos electrodos sumergidos en una disolución problema. Cada electrodo constituye una semicelda. Uno de ellos, denominado electrodo de referencia, es una semicelda electroquímica de referencia, cuyo potencial es constante en relación con de la disolución problema. El otro, denominado electrodo selectivo de iones, es el electrodo de medida o electrodo indicador bañado en la disolución problema.³ (Rouessac, 2003)

El número de medidas potenciométricas es elevado, los fabricantes miden el pH de muchos bienes de consumo; los laboratorios clínicos determinan los gases sanguíneos como indicadores significativos de enfermedades; los efluentes municipales e industriales se vigilan continuamente para determinar el pH y las concentraciones de contaminante.

¹ Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na edición), Potenciometría (pp. 535-574). México. CENAGE Learning.

² Belarra, Miguel Angel (2011). Introducción a la química analítica (1ra edición), Algunos ejemplos de señales analíticas (pp. 21-22). Zaragoza. Prensas universitarias de Zaragoza

³ Rouessac, Francias (2003). Análisis químico, métodos y técnicas instrumentales modernas (1ra edición), Métodos potenciométricos (pp. 367-376). Madrid. Mc Graw Hill

3.2 Electroodos

3.2.1 Definición

Un electrodo es un dispositivo a través del cual los electrones fluyen hacia o desde las especies químicas que participan en una reacción.⁴ (Harris, 2013)

3.2.2 Principio de funcionamiento

El equipo empleado en potenciometría para el estudio de un analito, sencillo y barato, comprende un electrodo de indicador, un electrodo de referencia y un dispositivo de medida de potenciales, el analito es una especie electroactiva que puede ceder o aceptar electrones en un electrodo. El sistema puede representarse como:

Electrodo de referencia|puente salino|disolución del analito|Electrodo indicador

3.2.2.1 Electrodo de referencia

El electrodo de referencia es una semicelda con un potencial de electrodo conocido con exactitud, el cual es independiente de la concentración de analito o de cualquier otro ion presente en la disolución que se está estudiado. Este electrodo debe ser resistente, fácil de armar, y debe mantener un potencial constante al paso de pequeñas corrientes.⁵ (Skoog, 2015)

3.2.2.2 Electrodo indicador

El electrodo indicador está inmerso en una disolución del analito, desarrollando un potencial que depende de la actividad del analito. El electrodo indicador ideal responde de manera rápida y reproducible a los cambios en la concentración de un ion analito (o de un grupo de iones analito). Aunque ningún electrodo indicador tiene una respuesta absolutamente específica, en la actualidad existen algunos muy selectivos.⁶ (Skoog, 2015)

3.2.2.3 Puente salino

Un puente salino es medio iónico con una barrera semipermeable en cada uno de sus extremos. A través de estas barreras pueden pasar pequeñas moléculas e iones, pero no moléculas grandes. Se puede construir un puente salino adecuado llenando un tubo en U con agar y con cloruro de potasio.⁷ (Harris, 2013)

3.2.2.4 Potenciómetro

Dispositivo que mide un potencial eléctrico mediante el equilibrio con un potencial conocido de signo opuesto. Un potenciómetro mide la misma magnitud que mide un voltímetro, pero el potenciómetro está diseñado para sacar mucha menos corriente del circuito medido.⁸ (Harris, 2013)

⁴ Harris, Daniel (2013). Análisis químico cuantitativo (3ra edición), Glosario (pp.GL9). Barcelona. Reverte

⁵ Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na edición), Potenciometría (pp. 535-574). México. CENAGE Learning.

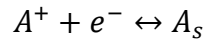
⁶ Ibídem

⁷ Harris, Daniel (2013). Análisis químico cuantitativo (3ra edición), Fundamentos de electroquímica (pp.290). Barcelona. Reverte

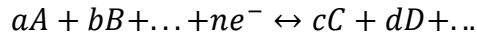
⁸ Ibídem

3.3 Ecuación de Nerst

Un potencial de electrodo es la medida de la diferencia de las concentraciones de las especies en la semicelda y sus valores de equilibrio. Por ejemplo, existe una mayor tendencia para que el proceso



Ocurra en una disolución concentrada de A que en una disolución diluida del mismo ion. En consecuencia, la magnitud del potencial de electrodo para este proceso debe ser mayor conforme aumenta la concentración del ion A en una disolución. Considerando la semireacción reversible



El potencial para este electrodo está dado por la ecuación:

$$E = E^\circ - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[C]^c [D]^d \dots}{[A]^a [B]^b \dots}$$

Donde

E° = Potencial de electrodo estandar

R = Constante de los gases ideales $\left(8.314 \frac{J}{mol K}\right)$

T = Temperatura

n = Numero de electrones intercambiados

F = Constante de Faraday (96485 C)

Sustituyendo los valores numéricos de las constantes, convertimos a base 10 los logaritmos y trabajando a 25°C, obtenemos:

$$E = E^\circ - \frac{0.0592}{n} \log \frac{[C]^c [D]^d \dots}{[A]^a [B]^b \dots}$$

Esta ecuación es conocida como la ecuación de Nernst.⁹ (Skoog, 2015)

3.4 Valoraciones

Los métodos de valoración, también llamados métodos volumétricos, incluyen un gran número de procedimientos cuantitativos que se basan en medir la cantidad de un reactivo de concentración conocida que es consumido por un analito durante una reacción química o electroquímica. Las valoraciones volumétricas involucran la medición del volumen de una disolución de concentración conocida que es necesario para reaccionar completamente con el analito.

En cualquier valoración, el punto de equivalencia químico, llamado punto final cuando se determina experimentalmente, se hace evidente por el cambio de color o por el cambio en una respuesta

⁹ Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na edición), Introducción a la electroquímica (pp. 460-461). México. CENAGE Learning.

instrumental (figura2). El progreso de la valoración se presenta en las curvas de valoración.¹⁰ (Skoog, 2015)

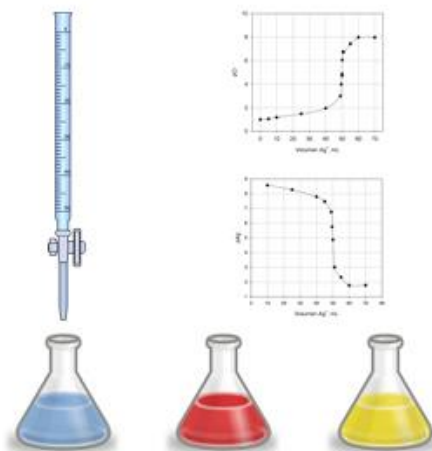


Figura 2. Valoración volumétrica

3.4.1 Curvas de valoración

Una curva de valoración (figura 3) es la representación gráfica de la variación de un determinado parámetro de la disolución, que se modifica a lo largo de la valoración, en función del reactivo añadido. Resulta de gran utilidad para explicar algunas características de la valoración.

Las curvas de valoración muestran las proximidades de los puntos de equivalencia un cambio muy apreciable: una modificación en la pendiente de la curva, un incremento o un decrecimiento brusco (salto) del parámetro medido.

3.4.2 Punto de equivalencia

El punto de equivalencia (figura 3) en una valoración es el punto teórico que se alcanza cuando la cantidad del titulante añadido es químicamente equivalente a la cantidad de analito de la muestra, es decir, el punto de equivalencia es el punto en que la cantidad de titulante añadido es exactamente la necesaria para que reacciones estequiométricamente con el analito.¹¹ (Skoog, 2015)

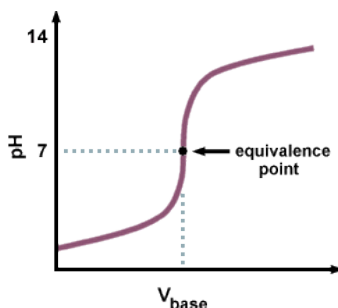


Figura 3. Representación de una curva de valoración y su punto de equivalencia

¹⁰ Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na edición), Valoraciones en química analítica (pp. 302-313). México. CENAGE Learning.

¹¹ *Ibidem*

3.4.3 Valoración ácido-base

Este tipo de valoraciones son utilizadas ampliamente para determinar las cantidades de ácidos y bases. Además, las valoraciones de neutralización pueden utilizarse para monitorear el progreso de las reacciones que producen o consumen iones hidrogeno.

Las valoraciones de neutralización dependen de una reacción química del analito con un reactivo estándar. Existen varios tipos de valoraciones ácido-base:

- Valoración de ácido fuerte con una base fuerte (figura4a).
- Valoración de ácido fuerte con una base débil (figura4b).
- Valoración de base débil con un ácido fuerte (figura4c).
- Valoración de base fuerte con un ácido fuerte (figura4d).

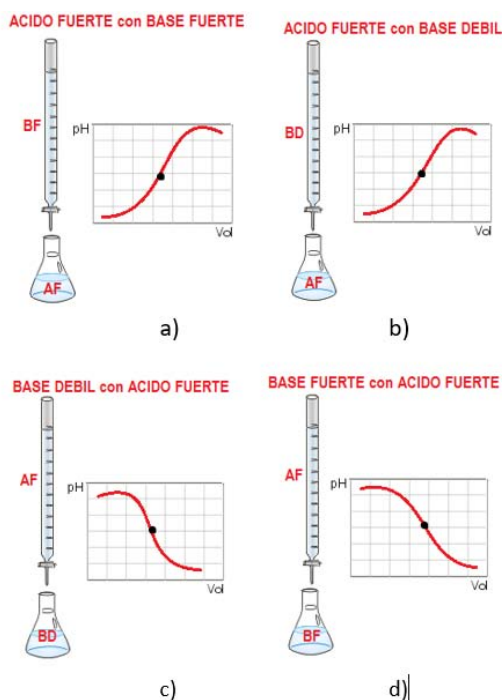


Figura 4. Valoraciones ácido-base.

Sin embargo, existe diferentes sistemas polipróticos, es decir, aquellos que ceden o aceptan más de un protón, por lo que existen más sistemas de valoración como son los sistemas dipróticos y tripróticos.

3.4.4 Valoraciones potenciométricas

En una valoración potenciométrica se mide potencial de un electrodo indicador adecuado en función del volumen del titulante. La información que provee una valoración potenciométrica es diferente de los datos obtenidos en una medición potenciométrica directa.

Las valoraciones potenciométricas proveen datos que son más confiables que los datos provenientes de valoraciones que utilizan indicadores químicos y son particularmente útiles en disoluciones coloridas o turbias y para detectar la presencia de especies insospechadas.

Este tipo de valoraciones ofrecen ventajas adicionales sobre la potenciometría directa. Debido a que la medición se basa en el volumen de titulante que provoca un cambio rápido en el potencial cerca del punto de equivalencia. Sin embargo, tienen la desventaja de consumir más tiempo que aquellas que involucran indicadores.¹² (Skoog, 2015)

3.5 Electropulido

El electropulido es un tratamiento superficial que se realiza mediante un proceso electroquímico adecuado por disolución anódica de la superficie metálica a tratar, produciendo una nivelación del material base que permite obtener un acabado brillante y mejorar las propiedades del metal, es decir, una integridad superior a la de los acabados mecánicos convencionales disponibles.

Las imperfecciones de la superficie son eliminadas mediante la disolución anódica en una solución electroquímica con una corriente eléctrica impuesta. Durante el proceso de electropulido, se aplican cargas eléctricas a los puntos altos de la superficie del metal, eliminando rebabas, bordes filosos y otras imperfecciones presentes en la superficie.

Las soluciones empleadas como electrolito para la mayor parte de los metales, contiene mezclas de ácidos inorgánicos: ácidos sulfúrico, fosfórico, fluorhídrico, crómico, etc.; y ácidos orgánicos: ácidos cítricos, propiónicos, etc.

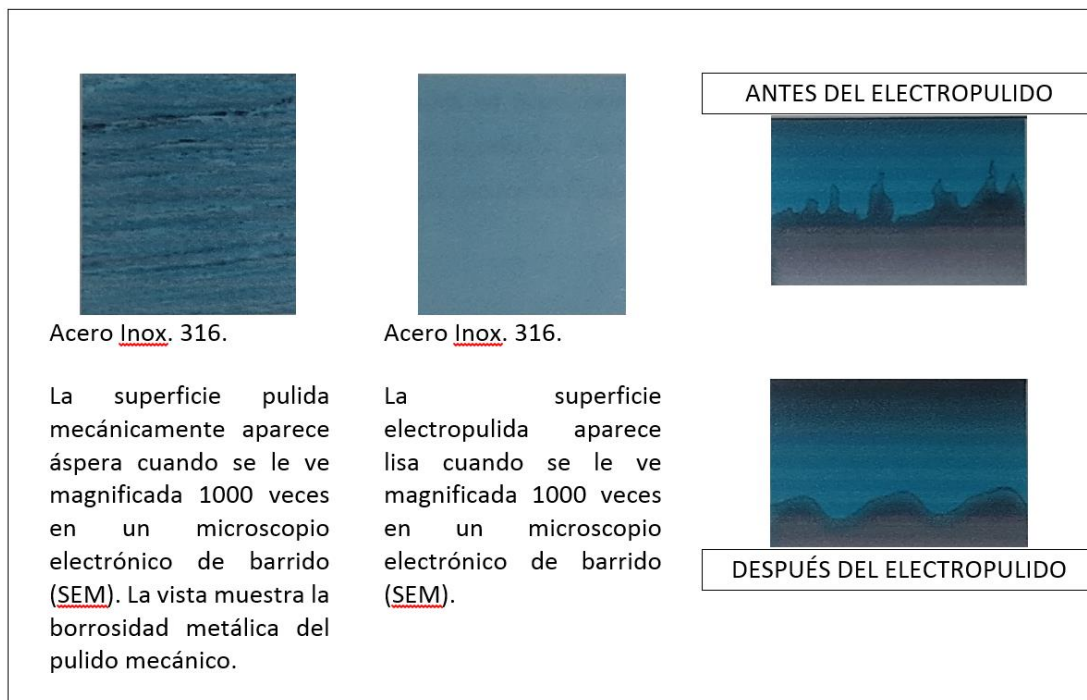


Figura 5. Superficie del acero inoxidable electropulida.

¹² Ibídem

Debido al electropulido obtenemos las siguientes ventajas:

- Tratar piezas de forma irregular y de gran tamaño, en un tiempo corto y con gran ahorro de mano de obra.
- Aumentar la resistencia a la corrosión ya que el proceso permite eliminar las capas superficiales formadas por labores de laminación y pulido, dejando sobre la superficie terminada una capa de óxidos de hierro que le confiere una excelente pasividad en relación con numerosos reactivos químicos.
- Disminuir la tendencia en los líquidos y sólidos a adherirse a la superficie, mejorando los aspectos de limpieza y escurrido de las mismas, aspectos muy importantes en intercambiadores de calor, evaporadores, etc.
- Pulir piezas en las que el pulido mecánico resulta inaccesible. Esto es posible lograrlo en un solo tratamiento, proporcionando un aspecto uniforme en toda la superficie, lo cual sería difícil de lograr mediante métodos convencionales.
- Cuando el proceso de electropulido se detiene, no todo el Hierro queda como Hierro (0), ni todo el hierro queda como Hierro (II) o Hierro (III), quedando fases intermedias de hierro naciente, capaz de producir óxidos de valencia mixta, capaces de intercambiar protones siguiendo la ley de Nernst.

3.6 Intervalos de Confianza

En la mayoría de los análisis químicos cuantitativos, el valor real de la media no se puede determinar ya que requeriría un número inmenso (tiende a infinito) de mediciones. Sin embargo, con ayuda de la estadística se puede establecer un intervalo que rodea a la media determinada experimentalmente dentro de la cual se espera que se encuentre la media poblacional con un cierto grado de probabilidad. Este intervalo se conoce como intervalo de confianza (figura 6).¹³ (Skoog, 2015)

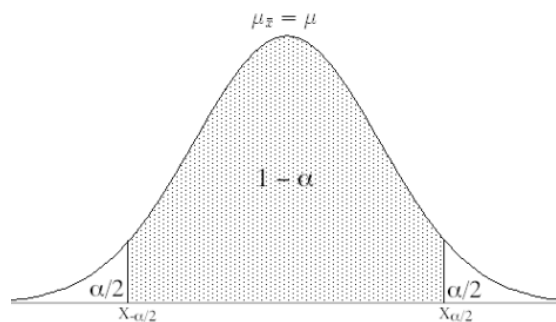


Figura 6. Intervalo de confianza.

3.6.1 T de student

La t de student se usa frecuentemente para expresar intervalos de confianza y para comparar los resultados de diferentes experimentos. El nivel de confianza de la t de student nos indica el porcentaje de veces que obtendrá la misma media de la población al repetir un experimento un número finito de veces.

¹³ Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na edición), Tratamiento y evaluación estadísticos de los datos (pp. 123-128). México. CENAGE Learning.

4 Procedimiento Experimental

4.1 Tratamiento de dos alambres de acero 316

Se cortaron 6 alambres de acero 316 de 75 milésimas de diámetro y 7.5 cm de longitud, posteriormente se sumergieron en una mezcla de Trióxido de cromo (CrO_3) 2.5 molar en ácido sulfúrico (H_2SO_4) 5 molar. Con ayuda de una fuente de poder (Loedstar), se aplicó una intensidad de corriente de 0.5 Amperes durante 30 segundo, con la finalidad de electropulir los alambres de acero 316. Los alambres ya electropulidos se almacenaron en una solución de Hidróxido de sodio 0.1 M con la finalidad de hidratar la monocapa de metaxidos y se puede realizar el intercambio de protones (figura7).

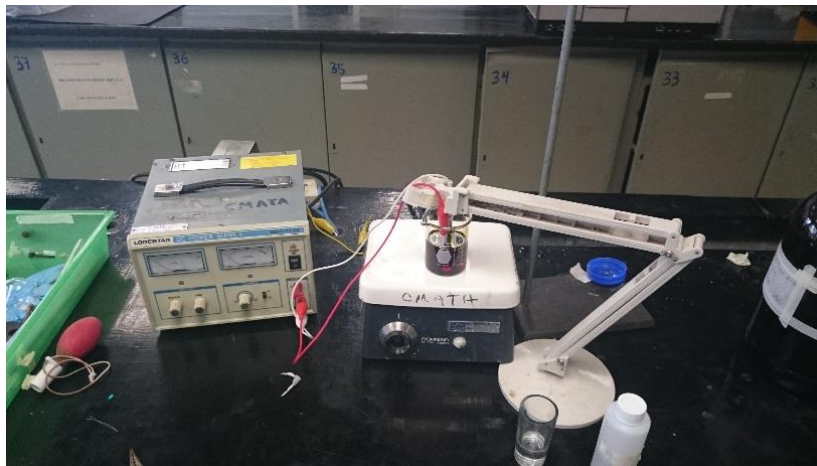


Figura 7.- Tratamiento de los alambres de acero 316

4.2 Determinación experimental de la linealidad

Una vez electropulidos los alambres de acero 316, se conectaron mediante un cable coaxial y caimanes a un potenciómetro (figura 8), teniendo presente que uno fungió como microelectrodo de referencia otro como microelectrodo indicador.

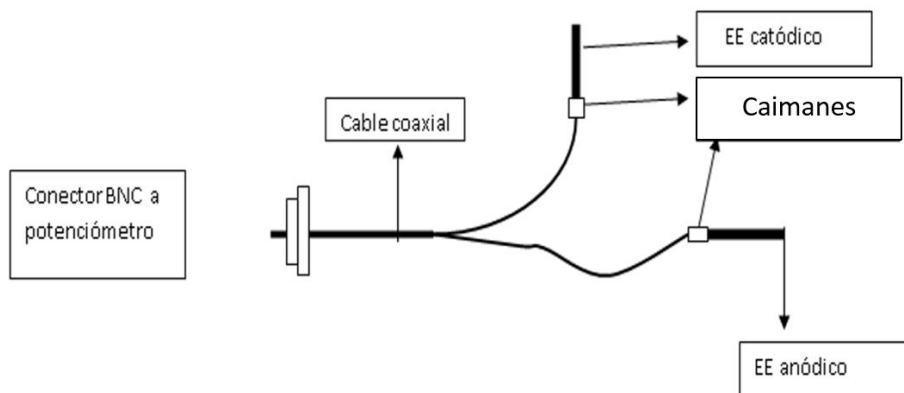


Figura 8. Conexión de los microelectrodos.

El microelectrodo de referencia se sumergió en una solución de KNO_3 saturada (solución de referencia) y el otro como microelectrodo indicador se sumergió en las soluciones buffer (pH 4, 7 y 10) y con la ayuda de un puente de agar se cerró el circuito (figura 9) para así poder determinar la pendiente y la correlación de cada uno de los pares de microelectrodos. Esta determinación tiene como objetivo corroborar que si el par de microelectrodos responde linealmente al potencial obtenido de las soluciones buffer.

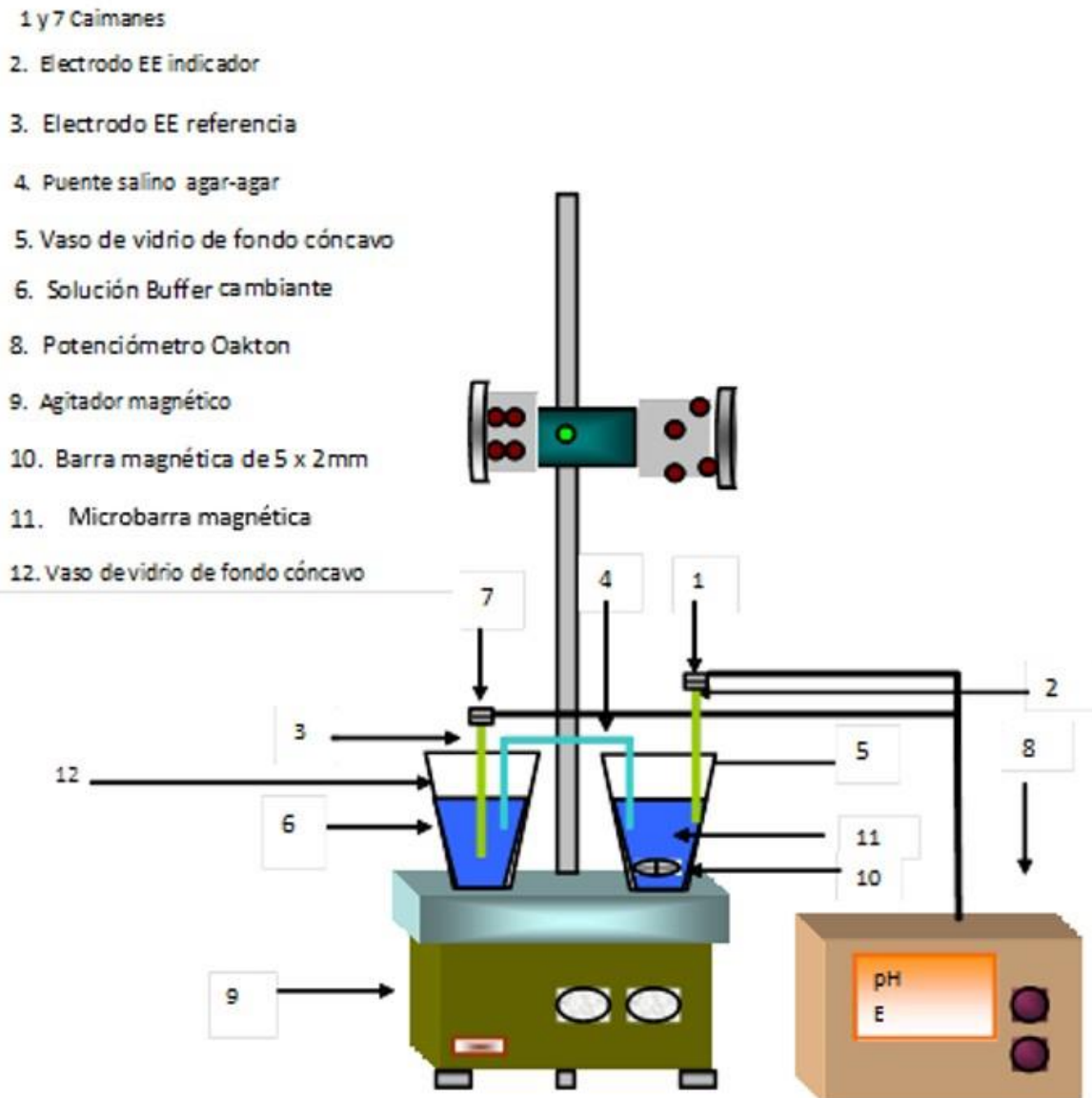


Figura 9. Sistema para determinar la linealidad de los microelectrodos.

4.3 Construcción de los microelectrodos

Una vez determinada la linealidad de los microelectrodos, se encapsularon en un tubo de vidrio separando el microelectrodo de referencia del microelectrodo indicador por medio de un tubo capilar (figura 10), los electrodos se conectaron a un cable coaxial con conexión BNC mediante caimanes.

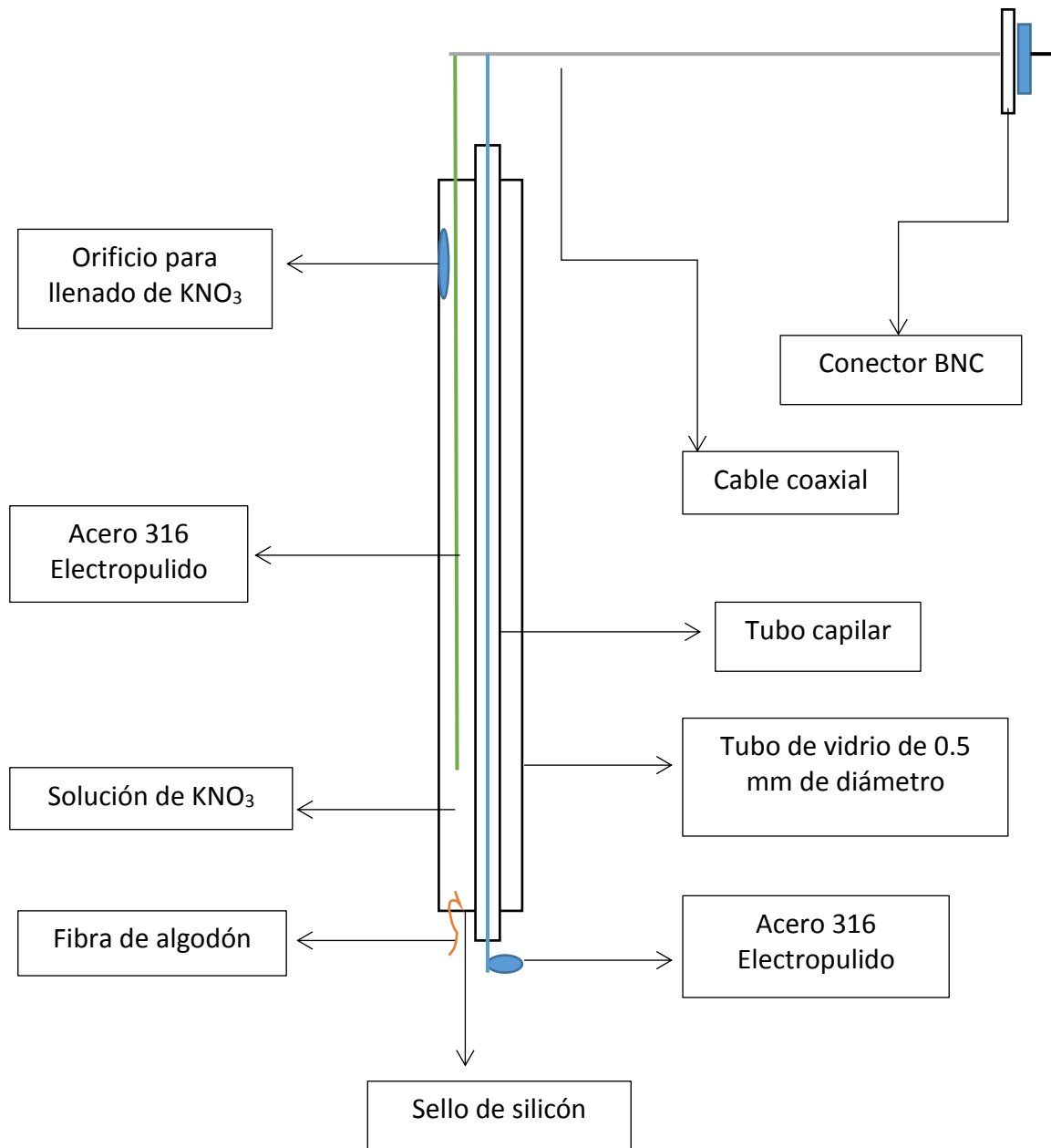


Figura 10. Armado de los microelectrodos

En la figura 11 podemos observar el acabado final de uno de los microelectrodos construidos, descritos en el procedimiento anterior. Con este diseño en la parte inferior del electrodo, se procura que el área de contacto con la solución sea mayor para dar una mejor respuesta y minimizar la cantidad de solución problema utilizada para la ultramicrovaloración.



Figura 11. Microelectrodo elaborado

4.4 Pretratamiento de los microelectrodos

Se llenó la cavidad destinada a la solución de referencia con la solución saturada de KNO_3 con la finalidad de que la fibra de algodón insertada funcione como punto de contacto entre la solución de referencia y la solución problema para cerrar el circuito y poder obtener medidas de potencial (figura12).



Figura 12. Orificio para llenado solución de referencia.

4.5 Ultramicrovaloraciones

Se llevaron a cabo 5 ultramicrovaloraciones de 0.3 mL de ácido fosfórico (H_3PO_4) 0.0059M con hidróxido de sodio (NaOH) 0.0234M empleando los microelectrodos EE-EE para dar seguimiento a la valoración (figura 13).

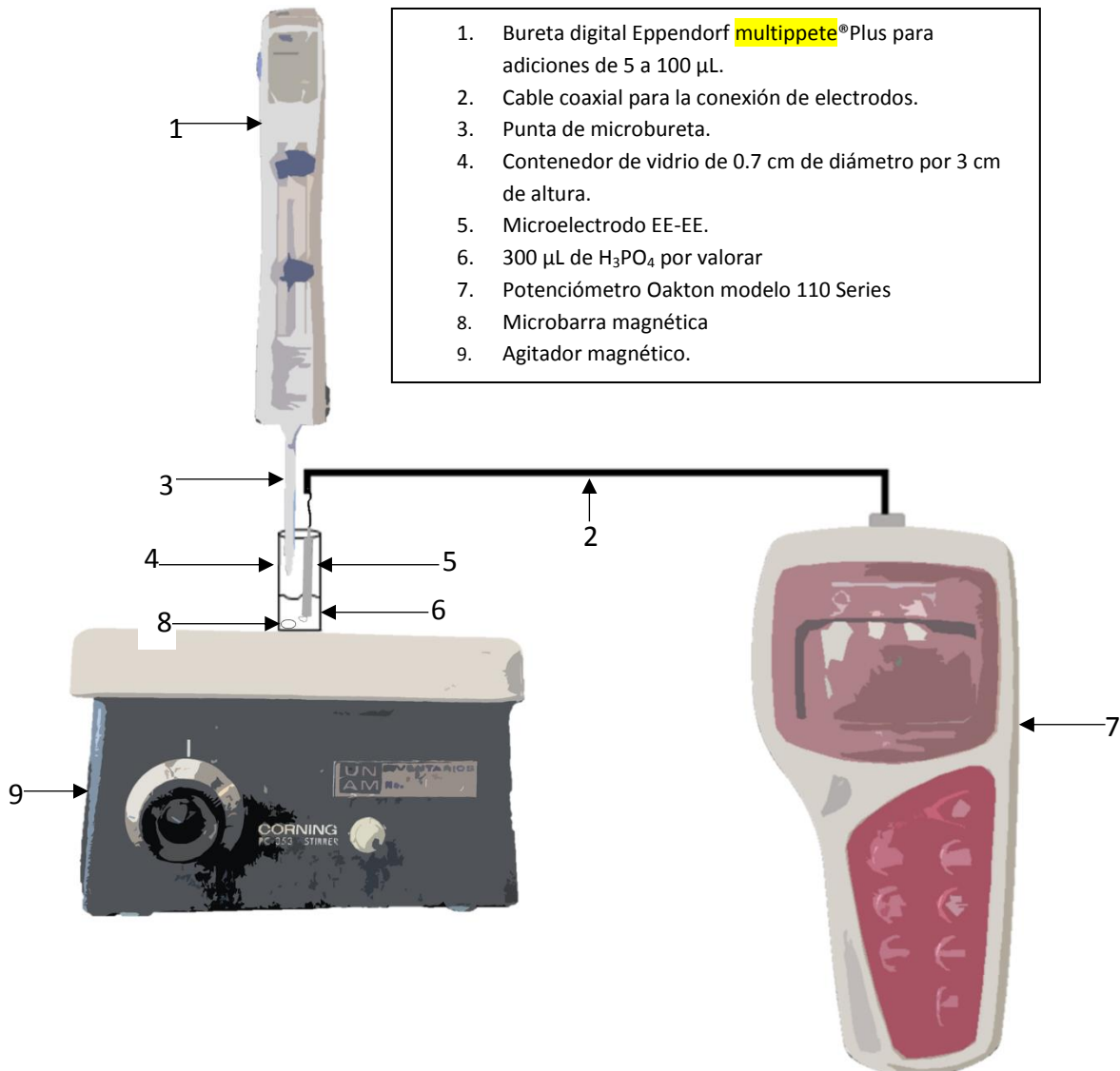


Figura 13. Sistema de ultramicrovaloración

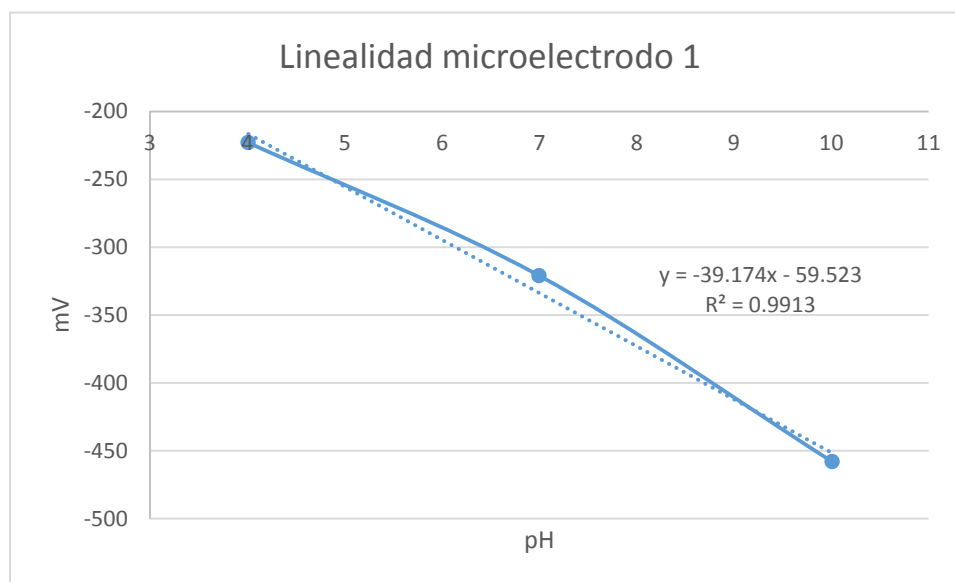
5 Resultados y análisis

5.1 Linealidad de microelectrodos

Se realizó la linealidad con 3 soluciones buffer (tabla 1), ya que para la calibración indicada en los manuales de un potenciómetro se requieren 2. Por lo tanto, este proceso se realizó con la finalidad de calibrar los microelectrodos.

Microelectrodo 1		Microelectrodo 2		Microelectrodo 3	
pH	mV	pH	mV	pH	mV
4.01	-223	4.01	38.8	4.01	393
7.00	-321	7.00	-82.6	7.00	218
10.01	-458	10.01	-274	10.01	99

Tabla 1. Linealidad microelectrodos con buffers



Gráfica 1. Linealidad microelectrodo 1

Las gráficas de la linealidad de los microelectrodos 2 y 3 se encuentran en el anexo 3.

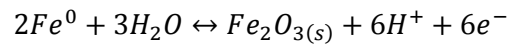
Con los datos anteriores mediante una regresión lineal se obtuvieron los datos de pendiente y correlación.

Microelectrodo 1		Microelectrodo 2		Microelectrodo 3	
R ²	m	R ²	m	R ²	m
0.9913	-39.174	0.9841	-52.146	0.9876	-48.989

Tabla 2. Datos obtenidos de la linealidad de los microelectrodo

Con los valores obtenidos de la regresión lineal, se establece que los microelectrodos construidos tienen un comportamiento **pseudonerstiano**, esto se debe a la interferencia de los metaóxidos formados en la monocapa en la superficie de los microelectrodos, sin embargo se espera que la geometría de las gráficas no se vea afectada.

De acuerdo con esto, la reacción electroquímica que predomina en el acero 316 y que puede justificar la respuesta al potencial electroquímico de los microelectrodos electropulidos combinados es la siguiente:



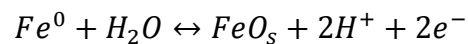
De acuerdo a esta reacción el potencial electroquímico está dado por su ecuación de Nerst representativa:

$$E = E^\circ + \frac{0.0592}{6} \log \frac{[Fe_2O_{3(s)}][H^+]^6}{[Fe^0]^2[H_2O]^3}$$

Considerando que la actividad del Fe^0 y Fe_2O_3 es 1, y aplicando leyes de los logaritmos se obtiene

$$E = E^\circ - 0.0592pH$$

Teniendo en que durante el electropulido también se lleva a cabo la reacción electroquímica de Fe(II)



De acuerdo a esta reacción el potencial electroquímico está dado por su ecuación de Nerst representativa:

$$E = E^\circ + \frac{0.0592}{2} \log \frac{[FeO_s][H^+]^2}{[Fe^0][H_2O]}$$

Considerando que la actividad del Fe^0 y FeO es 1, y aplicando leyes de los logaritmos se obtiene

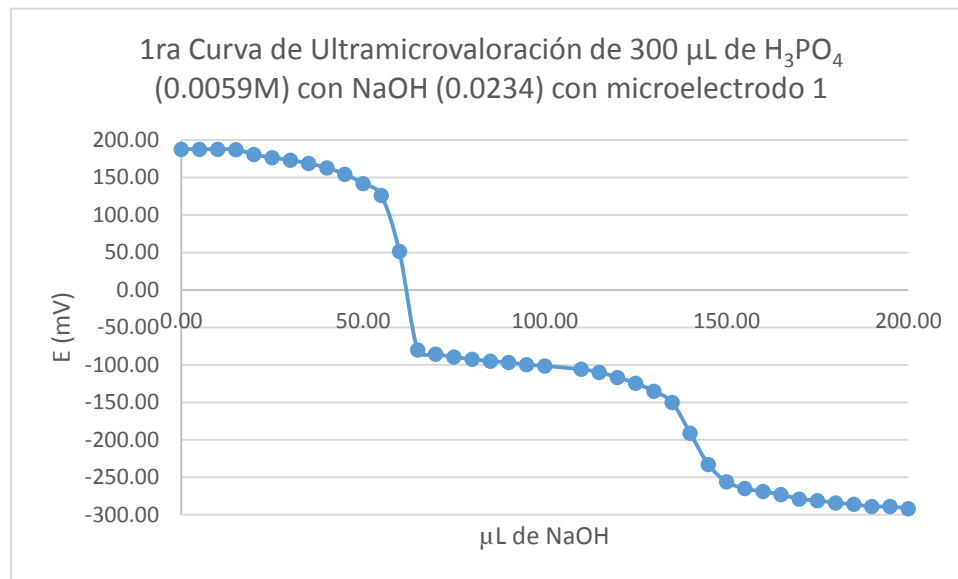
$$E = E^\circ - 0.0592pH$$

Al no existir diferencia en las ecuaciones de Nerst anteriores, el potencial electroquímico medido por los microelectrodos construidos está respondiendo a la oxidación de hierro ya que este es el metal que predomina en el acero 316.

5.2 Curvas de valoración microelectrodo 1

Tabla 3. 1ra Ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 1.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	187.90	50.00	142.20	100.00	-101.50	155.00	-265.00
5.00	187.90	55.00	126.30	110.00	-105.80	160.00	-269.00
10.00	187.70	60.00	51.30	115.00	-110.00	165.00	-273.00
15.00	187.50	65.00	-80.10	120.00	-116.60	170.00	-279.00
20.00	180.90	70.00	-85.60	125.00	-124.50	175.00	-281.00
25.00	176.60	75.00	-89.40	130.00	-135.00	180.00	-284.00
30.00	173.30	80.00	-92.60	135.00	-150.00	185.00	-286.00
35.00	168.80	85.00	-94.90	140.00	-191.00	190.00	-289.00
40.00	163.00	90.00	-96.90	145.00	-233.00	195.00	-289.00
45.00	154.50	95.00	-99.70	150.00	-256.00	200.00	-292.00



Grafica 2. 1ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 1.

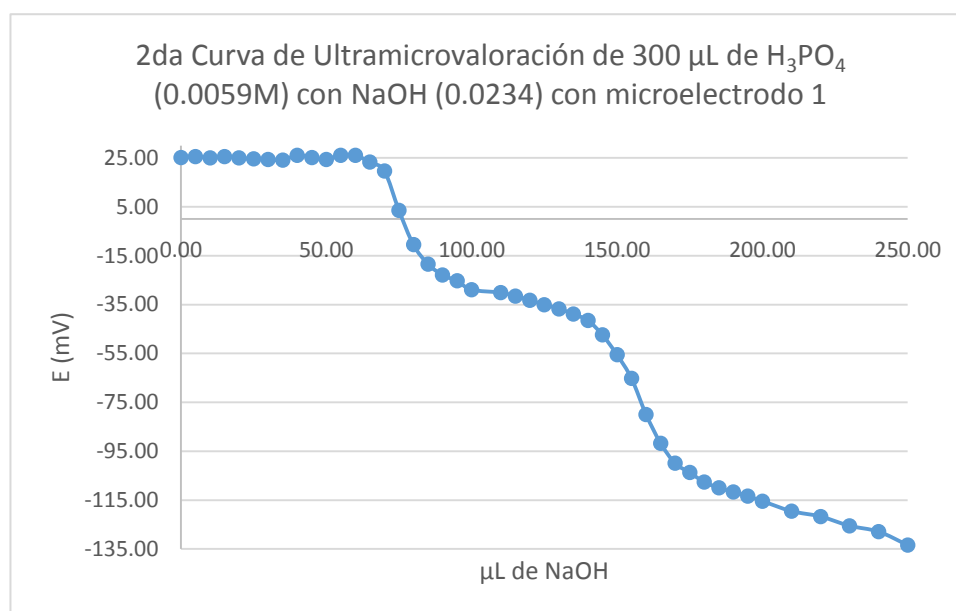
De acuerdo a la hipótesis de que el potencial obtenido se debe a la oxidación del hierro (metal con mayor presencia en el acero, 70%) y revisando la geometría de la gráfica podemos confirmar esta hipótesis y continuar con el análisis de las valoraciones realizadas.

En la gráfica anterior se puede observar que el microelectrodo 1 responde de manera correcta a la valoración de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234). También se observa que el primer salto ampliamente cuantitativo y se obtuvo la geometría esperada (presencia de los 2 saltos) que se presenta con los electrodos convencionales.

Puesto que el primer salto es el más cualitativo se utilizará este para la obtención de los puntos de equivalencia y el posterior análisis de estos.

Tabla 4. 2da ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 1.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	25.20	60.00	26.10	125.00	-35.00	185.00	-110.00
5.00	25.50	65.00	23.30	130.00	-36.70	190.00	-111.60
10.00	25.00	70.00	19.70	135.00	-38.90	195.00	-113.40
15.00	25.50	75.00	3.60	140.00	-41.50	200.00	-115.40
20.00	25.00	80.00	-10.50	145.00	-47.40	210.00	-119.50
25.00	24.60	85.00	-18.40	150.00	-55.50	220.00	-121.70
30.00	24.40	90.00	-22.90	155.00	-65.20	230.00	-125.50
35.00	24.10	95.00	-25.30	160.00	-79.90	240.00	-127.90
40.00	26.10	100.00	-28.90	165.00	-91.70	250.00	-133.40
45.00	25.20	110.00	-30.10	170.00	-99.90		
50.00	24.40	115.00	-31.50	175.00	-103.70		
55.00	26.10	120.00	-33.20	180.00	-107.60		



Grafica 3. 2da curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 1.

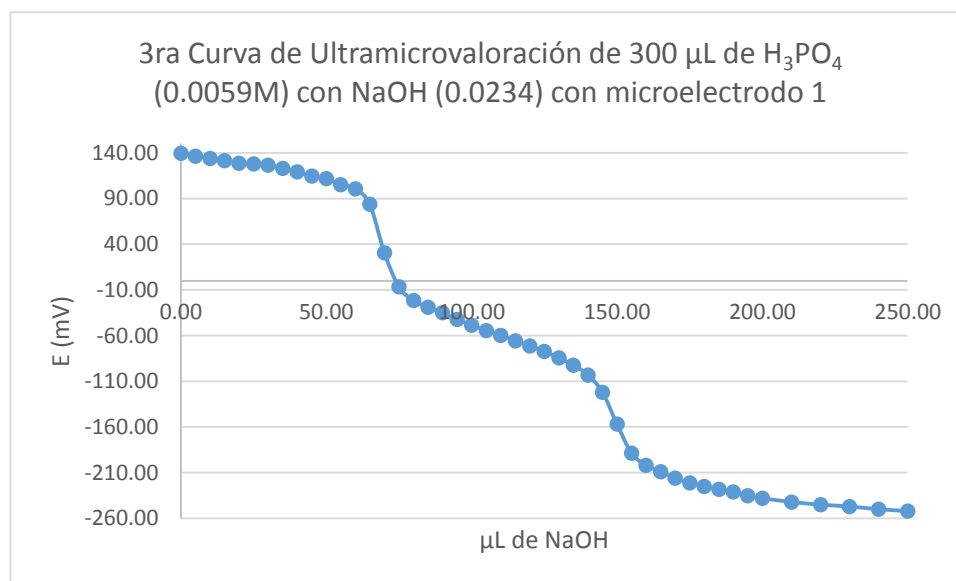
Podemos notar que el inicio de esta valoración fue diferente al de la primera valoración (grafica 3), esto debido a que existe una interferencia de los otros metales que componen al acero (níquel, cromo, manganeso, etc.).

Debido a que no solo se oxida el hierro al electropulir el acero, si no que se oxidan todo el conjunto de metales del que este se conforma. Se intuye que se forma una monocapa de metaóxidos en la superficie del alambre, por lo que se cree que la interferencia se debe a esto.

La valoración cumple con la geometría esperada, a pesar de las interferencias que se generaron a lo largo de esta, cumpliendo con el rango de ubicación los puntos de equivalencia.

Tabla 5. 3ra ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 1.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	139.50	60.00	100.80	120.00	-71.10	180.00	-225.00
5.00	136.60	65.00	83.80	125.00	-77.30	185.00	-228.00
10.00	134.00	70.00	30.70	130.00	-84.20	190.00	-231.00
15.00	131.60	75.00	-6.60	135.00	-92.10	195.00	-235.00
20.00	128.90	80.00	-21.60	140.00	-103.00	200.00	-238.00
25.00	128.00	85.00	-28.80	145.00	-121.90	210.00	-242.00
30.00	126.60	90.00	-34.80	150.00	-156.70	220.00	-245.00
35.00	123.20	95.00	-42.20	155.00	-188.50	230.00	-247.00
40.00	119.30	100.00	-48.40	160.00	-202.00	240.00	-250.00
45.00	114.70	105.00	-54.30	165.00	-209.00	250.00	-252.00
50.00	111.80	110.00	-59.60	170.00	-216.00		
55.00	105.20	115.00	-65.60	175.00	-221.00		



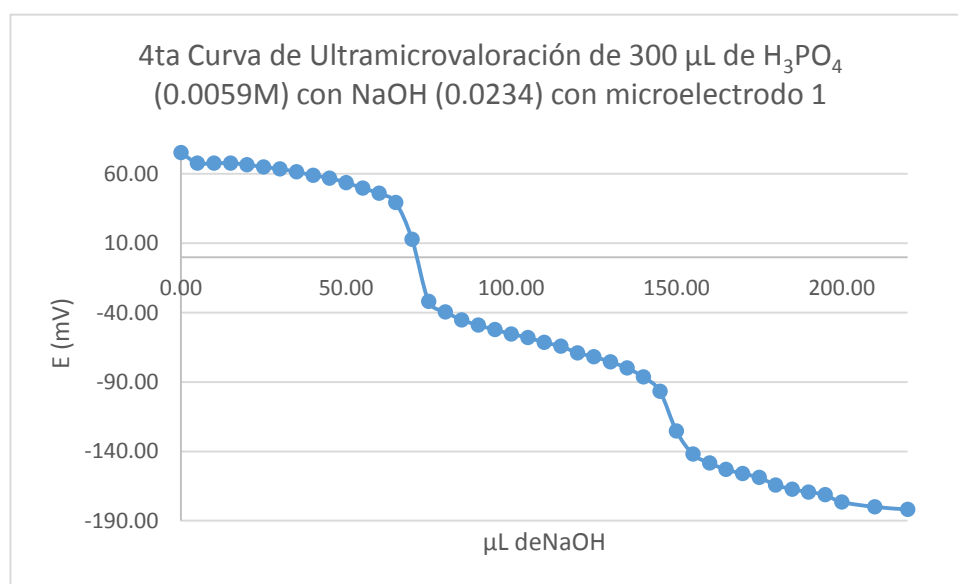
Grafica 4. 3ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 1.

De igual forma que el caso anterior, se observa que los puntos de equivalencia se encuentran una vez más dentro del rango esperado. Sin embargo el potencial inicial de la valoración es diferente.

Como ya se mencionó esto puede deberse a la formación de la monocapa, también se observa una mejoría en la geometría de la curva que puede deberse a que el microelectrodo elaborado responde de mejor manera al **utilizarse de manera constante en este sistema, por lo que entre más se repita la valoración con el electrodo mejor será la respuesta de este.**

Tabla 6. 4ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 1.

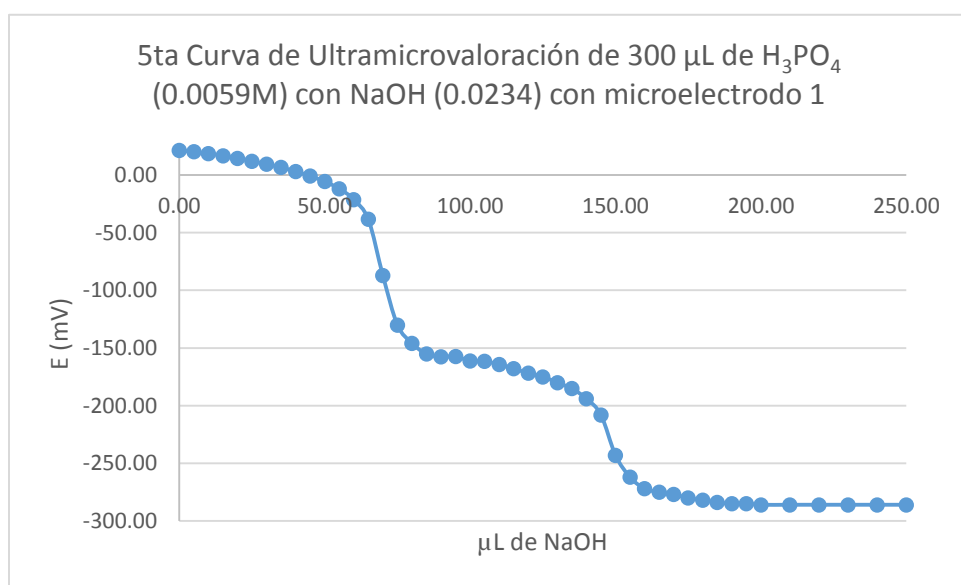
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	75.40	55.00	49.70	110.00	-61.50	165.00	-153.00
5.00	67.70	60.00	45.90	115.00	-64.20	170.00	-156.00
10.00	67.70	65.00	39.30	120.00	-69.00	175.00	-158.80
15.00	67.70	70.00	12.70	125.00	-71.80	180.00	-164.20
20.00	66.60	75.00	-31.90	130.00	-75.50	185.00	-167.30
25.00	64.90	80.00	-39.50	135.00	-79.90	190.00	-169.30
30.00	63.60	85.00	-45.20	140.00	-86.40	195.00	-171.30
35.00	61.40	90.00	-49.10	145.00	-96.70	200.00	-176.50
40.00	59.00	95.00	-52.20	150.00	-125.40	210.00	-180.00
45.00	56.90	100.00	-55.50	155.00	-142.00	220.00	-181.90
50.00	53.70	105.00	-57.90	160.00	-148.50		



Gráfica 5. 4ta curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 1.

Tabla 7. 5ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 1.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	21.40	60.00	-21.20	120.00	-171.90	180.00	-282.00
5.00	20.20	65.00	-38.30	125.00	-175.00	185.00	-284.00
10.00	18.60	70.00	-87.10	130.00	-180.00	190.00	-285.00
15.00	16.70	75.00	-130.00	135.00	-185.20	195.00	-285.00
20.00	14.50	80.00	-145.90	140.00	-193.90	200.00	-286.00
25.00	12.10	85.00	-155.20	145.00	-208.00	210.00	-286.00
30.00	9.40	90.00	-157.60	150.00	-243.00	220.00	-286.00
35.00	6.60	95.00	-157.40	155.00	-262.00	230.00	-286.00
40.00	3.10	100.00	-161.20	160.00	-272.00	240.00	-286.00
45.00	-0.90	105.00	-161.60	165.00	-275.00	250.00	-286.00
50.00	-5.60	110.00	-164.30	170.00	-277.00		
55.00	-11.80	115.00	-167.80	175.00	-280.00		

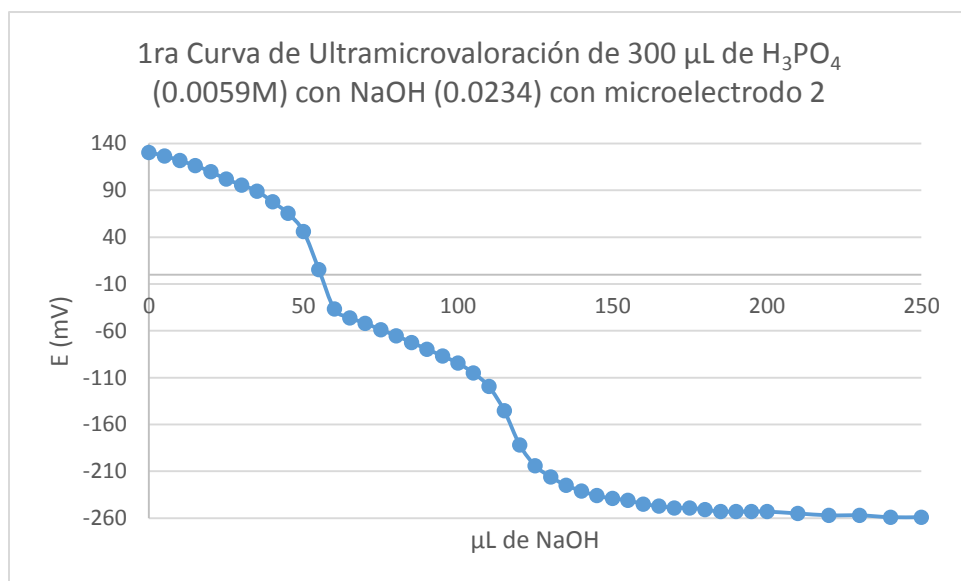


Grafica 6. 5ta curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 1.

5.3 Curvas de valoración microelectrodo 2

Tabla 8. 1ra ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 2.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	130.50	60.00	-36.80	120.00	-181.90	180.00	-251.00
5.00	126.80	65.00	-46.10	125.00	-204.00	185.00	-253.00
10.00	121.70	70.00	-51.90	130.00	-216.00	190.00	-253.00
15.00	116.40	75.00	-58.80	135.00	-225.00	195.00	-253.00
20.00	109.80	80.00	-65.20	140.00	-231.00	200.00	-253.00
25.00	101.90	85.00	-72.40	145.00	-236.00	210.00	-255.00
30.00	95.70	90.00	-79.60	150.00	-239.00	220.00	-257.00
35.00	89.10	95.00	-86.90	155.00	-241.00	230.00	-257.00
40.00	77.70	100.00	-94.50	160.00	-245.00	240.00	-259.00
45.00	65.40	105.00	-105.00	165.00	-247.00	250.00	-259.00
50.00	46.10	110.00	-119.50	170.00	-249.00		
55.00	5.30	115.00	-145.40	175.00	-249.00		



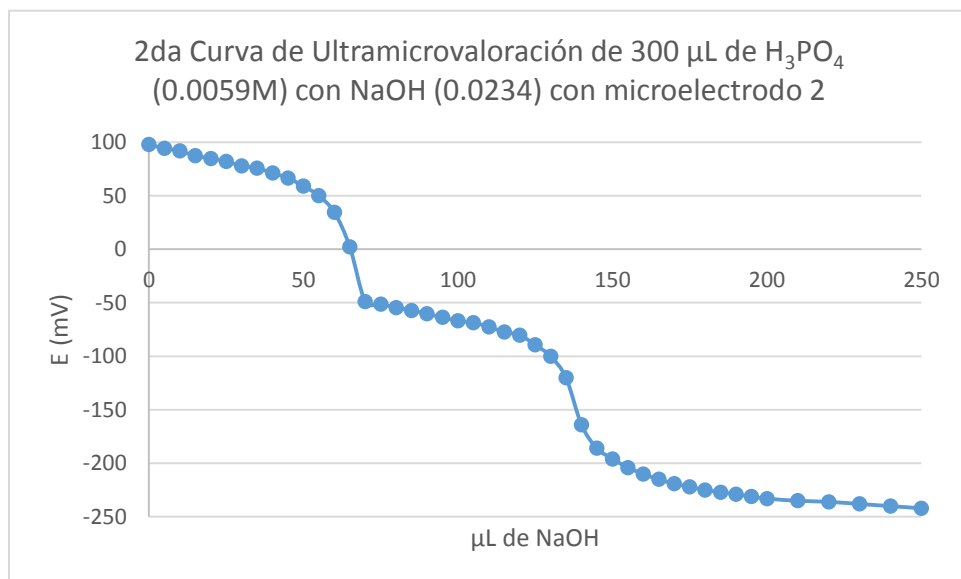
Grafica 7. 1ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 2.

El caso del microelectrodo 2 es similar al del microelectrodo 1 y de igual forma se corrobora la hipótesis formulada, de que el potencial obtenido se ve afectado por los otros metales presentes en el acero.

Aun así se observa que los puntos de equivalencia se encuentran dentro de lo esperado, y podemos afirmar que la geometría de la valoración se asemeja a la del electrodo convencional de vidrio. Por lo que el análisis con este microelectrodo puede proseguir.

Tabla 9. 2da ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 2.

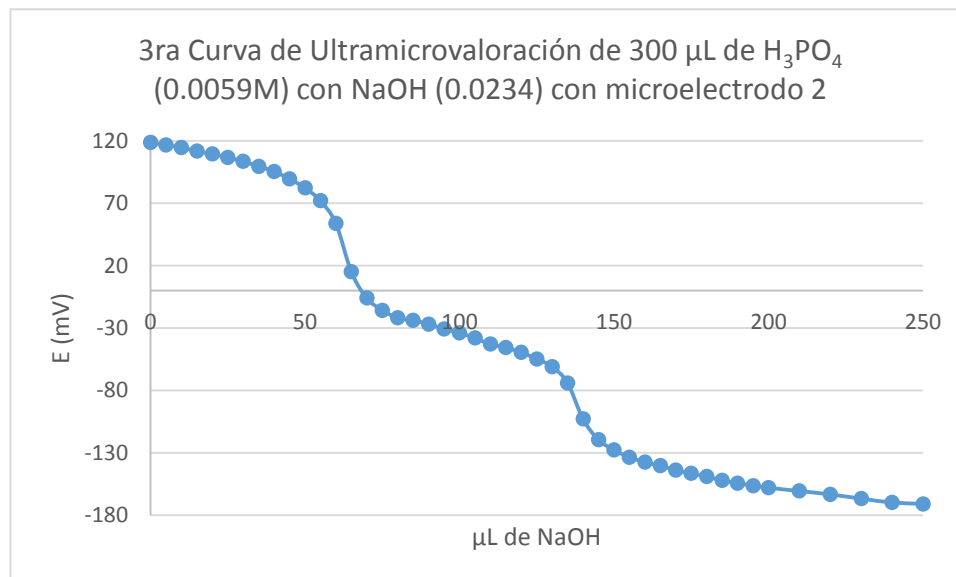
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	97.70	60.00	34.40	120.00	-80.30	180.00	-225.00
5.00	94.30	65.00	2.20	125.00	-89.30	185.00	-227.00
10.00	91.80	70.00	-49.10	130.00	-100.10	190.00	-229.00
15.00	87.30	75.00	-51.30	135.00	-120.20	195.00	-231.00
20.00	84.80	80.00	-54.60	140.00	-164.20	200.00	-233.00
25.00	82.00	85.00	-57.20	145.00	-185.90	210.00	-235.00
30.00	77.90	90.00	-60.30	150.00	-195.90	220.00	-236.00
35.00	75.70	95.00	-63.70	155.00	-204.00	230.00	-238.00
40.00	71.10	100.00	-66.80	160.00	-210.00	240.00	-240.00
45.00	66.40	105.00	-68.80	165.00	-215.00	250.00	-242.00
50.00	59.00	110.00	-72.50	170.00	-219.00		
55.00	49.90	115.00	-77.30	175.00	-222.00		



Grafica 8. 2da curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 2.

Tabla 10. 3ra ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 2.

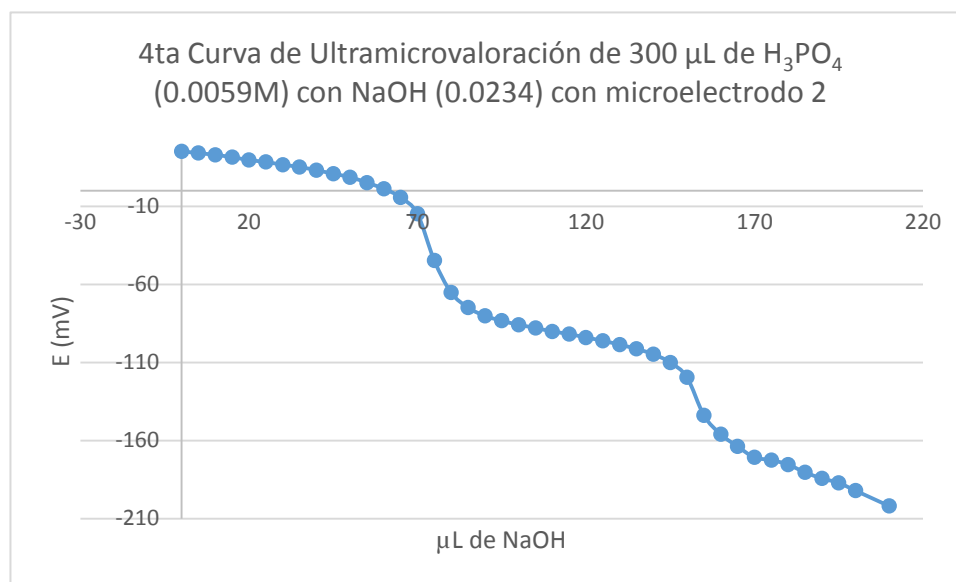
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	118.50	60.00	53.90	120.00	-49.50	180.00	-148.80
5.00	116.60	65.00	15.10	125.00	-54.80	185.00	-152.00
10.00	114.40	70.00	-5.90	130.00	-60.90	190.00	-154.20
15.00	111.60	75.00	-15.80	135.00	-74.00	195.00	-156.20
20.00	109.30	80.00	-21.90	140.00	-102.80	200.00	-157.90
25.00	106.60	85.00	-23.80	145.00	-119.50	210.00	-160.50
30.00	103.40	90.00	-26.90	150.00	-127.60	220.00	-163.20
35.00	99.50	95.00	-30.80	155.00	-133.50	230.00	-166.60
40.00	95.30	100.00	-33.80	160.00	-137.30	240.00	-169.70
45.00	89.50	105.00	-38.00	165.00	-140.30	250.00	-170.80
50.00	82.20	110.00	-42.90	170.00	-143.70		
55.00	71.90	115.00	-45.60	175.00	-146.40		



Grafica 9. 3ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 2.

Tabla 11. 4ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 2.

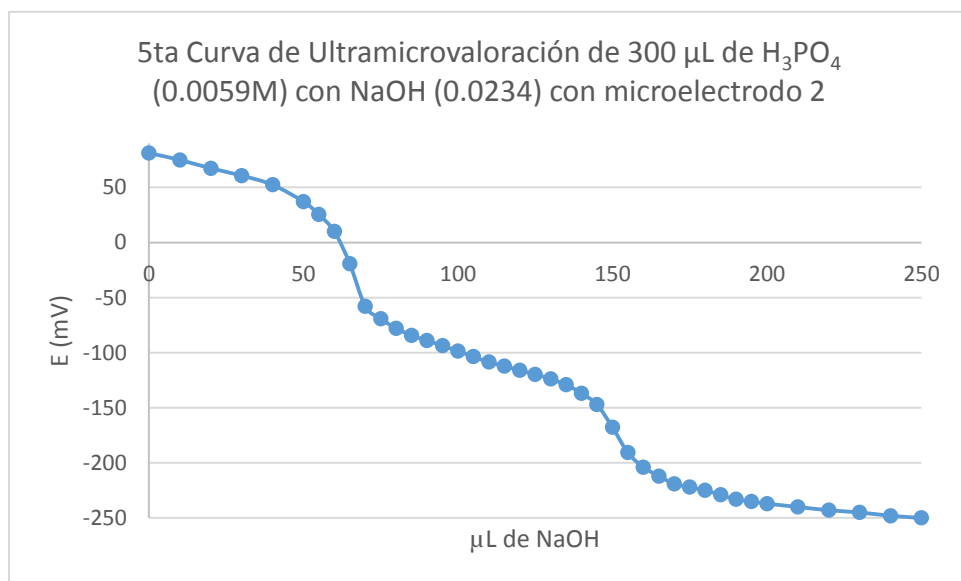
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	25.30	55.00	5.20	110.00	-90.10	165.00	-163.80
5.00	24.10	60.00	1.30	115.00	-91.80	170.00	-170.80
10.00	23.00	65.00	-4.20	120.00	-94.00	175.00	-172.50
15.00	21.50	70.00	-14.70	125.00	-96.10	180.00	-175.40
20.00	19.70	75.00	-44.60	130.00	-98.60	185.00	-180.40
25.00	18.40	80.00	-65.20	135.00	-101.30	190.00	-184.30
30.00	16.70	85.00	-74.80	140.00	-104.70	195.00	-187.10
35.00	15.20	90.00	-80.10	145.00	-110.00	200.00	-192.10
40.00	13.20	95.00	-83.30	150.00	-119.50	210.00	-202.00
45.00	10.90	100.00	-85.80	155.00	-143.80		
50.00	8.70	105.00	-87.90	160.00	-156.00		



Grafica 10. 4ta curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 2.

Tabla 12. 5ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 2.

V (μL)	V (μL)	V (μL)	V (μL)	V (μL)	V (μL)	V (μL)	V (μL)
0.00	81.20	80.00	-77.90	135.00	-129.10	190.00	-233.00
10.00	74.90	85.00	-84.30	140.00	-136.90	195.00	-235.00
20.00	67.30	90.00	-89.00	145.00	-147.20	200.00	-237.00
30.00	60.70	95.00	-93.60	150.00	-167.70	210.00	-240.00
40.00	52.30	100.00	-98.60	155.00	-190.70	220.00	-243.00
50.00	37.00	105.00	-103.60	160.00	-204.00	230.00	-245.00
55.00	25.30	110.00	-108.60	165.00	-212.00	240.00	-248.00
60.00	9.90	115.00	-112.10	170.00	-219.00	250.00	-250.00
65.00	-19.30	120.00	-116.00	175.00	-222.00		
70.00	-57.90	125.00	-119.70	180.00	-225.00		
75.00	-69.30	130.00	-123.90	185.00	-229.00		

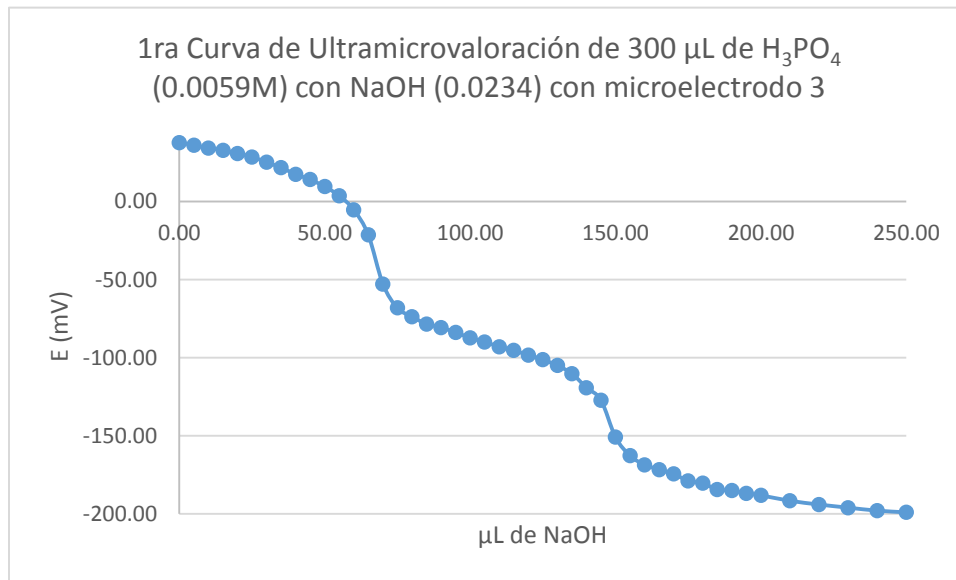


Grafica 11. 5ta curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 2.

5.4 Curvas de valoración microelectrodo 3

Tabla 13. 1ra ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 3.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	37.80	60.00	-5.30	120.00	-98.40	180.00	-180.40
5.00	36.10	65.00	-21.40	125.00	-101.30	185.00	-184.50
10.00	34.30	70.00	-52.80	130.00	-105.00	190.00	-185.10
15.00	32.80	75.00	-68.10	135.00	-110.20	195.00	-187.00
20.00	30.80	80.00	-73.80	140.00	-119.20	200.00	-188.20
25.00	28.50	85.00	-78.40	145.00	-127.20	210.00	-191.70
30.00	25.20	90.00	-80.70	150.00	-150.90	220.00	-194.10
35.00	21.70	95.00	-83.80	155.00	-162.80	230.00	-196.10
40.00	17.50	100.00	-87.30	160.00	-168.60	240.00	-198.00
45.00	14.10	105.00	-89.90	165.00	-171.70	250.00	-199.10
50.00	9.60	110.00	-93.00	170.00	-174.50		
55.00	3.70	115.00	-95.30	175.00	-178.90		



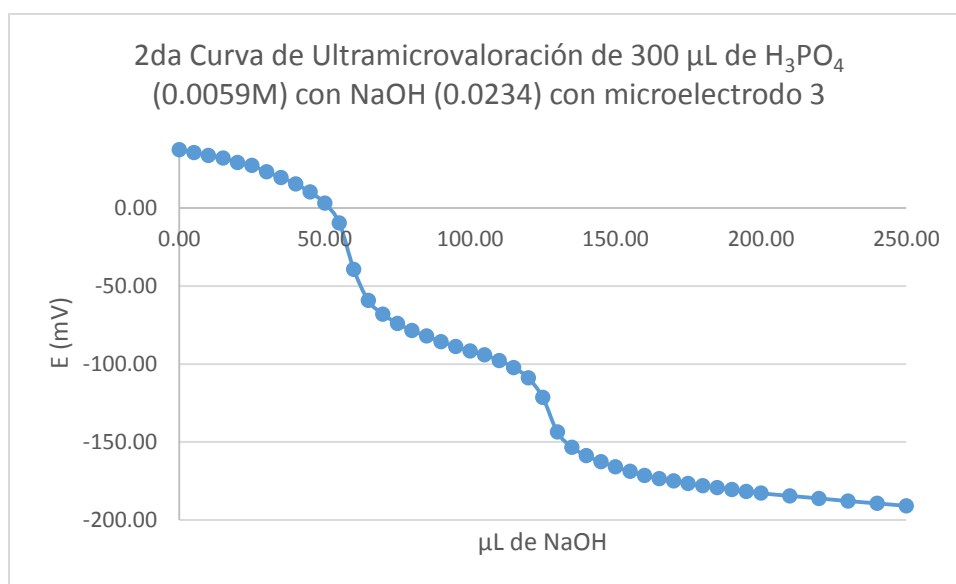
Grafica 12. 1ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 3.

El caso del microelectrodo 3 es similar al de los microelectrodos anteriores, y de igual forma se corrobora la hipótesis formulada, de que el potencial obtenido se ve afectado por los otros metales presentes en el acero.

Aun así se puede observar que los puntos de equivalencia se encuentran dentro de lo esperado, y podemos afirmar que la geometría de la valoración se asemeja a la del electrodo convencional de vidrio. Por lo que el análisis con este microelectrodo puede proseguir.

Tabla 14. 2da ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 3.

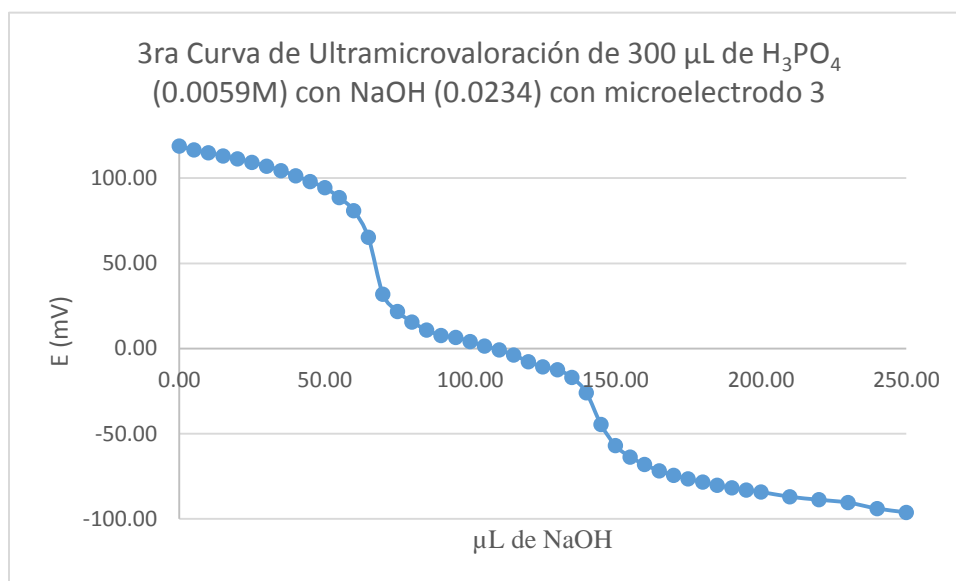
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	37.30	60.00	-39.40	120.00	-108.90	180.00	-178.00
5.00	35.40	65.00	-59.40	125.00	-121.50	185.00	-179.20
10.00	33.60	70.00	-68.10	130.00	-143.60	190.00	-180.40
15.00	32.00	75.00	-74.00	135.00	-153.30	195.00	-181.60
20.00	29.10	80.00	-78.60	140.00	-158.80	200.00	-182.80
25.00	27.10	85.00	-82.10	145.00	-162.70	210.00	-184.50
30.00	23.10	90.00	-85.70	150.00	-165.90	220.00	-186.10
35.00	19.50	95.00	-88.80	155.00	-168.80	230.00	-187.80
40.00	15.30	100.00	-91.70	160.00	-171.50	240.00	-189.30
45.00	10.10	105.00	-94.10	165.00	-173.40	250.00	-190.90
50.00	3.00	110.00	-97.80	170.00	-175.00		
55.00	-9.60	115.00	-102.30	175.00	-176.50		



Grafica 13. 2da curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 3.

Tabla 15. 3ra ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 3.

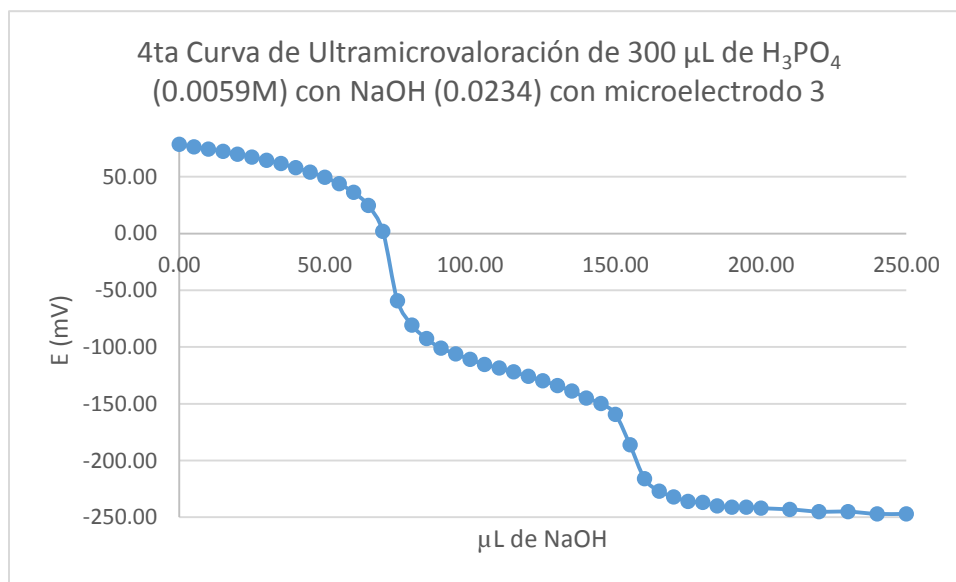
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	118.80	60.00	80.90	120.00	-7.70	180.00	-78.40
5.00	116.60	65.00	65.30	125.00	-10.80	185.00	-80.30
10.00	115.00	70.00	31.90	130.00	-12.50	190.00	-81.80
15.00	113.10	75.00	21.70	135.00	-16.90	195.00	-83.10
20.00	111.40	80.00	15.60	140.00	-26.00	200.00	-84.20
25.00	109.30	85.00	10.90	145.00	-44.60	210.00	-87.10
30.00	107.10	90.00	7.70	150.00	-57.00	220.00	-88.80
35.00	104.50	95.00	6.60	155.00	-63.70	230.00	-90.50
40.00	101.40	100.00	4.10	160.00	-68.10	240.00	-94.00
45.00	98.10	105.00	1.50	165.00	-71.80	250.00	-96.20
50.00	94.40	110.00	-0.90	170.00	-74.40		
55.00	88.70	115.00	-3.80	175.00	-76.60		



Grafica 14. 3ra curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 3.

Tabla 16. 4ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 3.

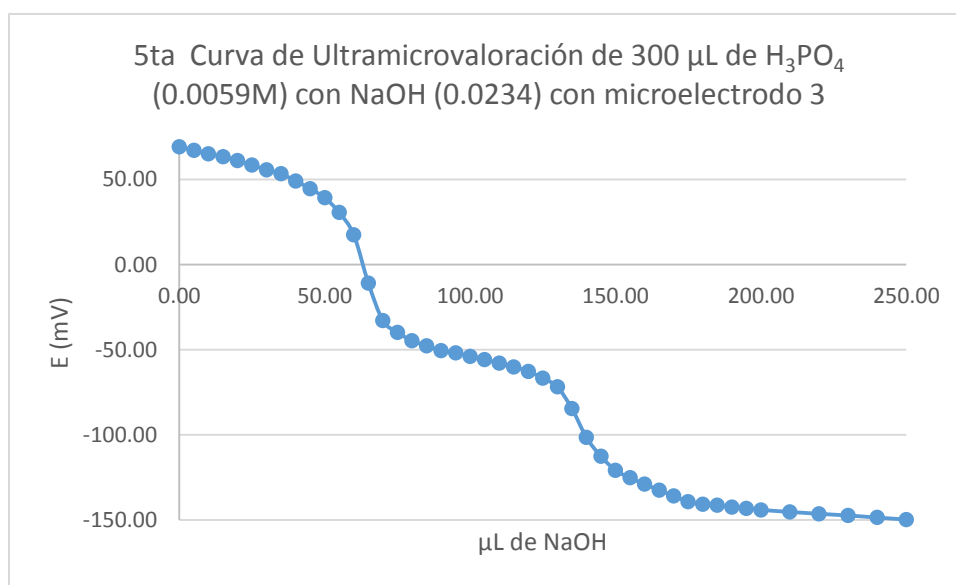
V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	78.50	60.00	36.10	120.00	-125.90	180.00	-237.00
5.00	76.30	65.00	24.60	125.00	-129.80	185.00	-240.00
10.00	74.30	70.00	1.90	130.00	-134.00	190.00	-241.00
15.00	72.20	75.00	-59.30	135.00	-138.90	195.00	-241.00
20.00	69.90	80.00	-80.80	140.00	-144.90	200.00	-242.00
25.00	67.30	85.00	-92.70	145.00	-149.80	210.00	-243.00
30.00	64.50	90.00	-101.10	150.00	-159.30	220.00	-245.00
35.00	61.50	95.00	-106.00	155.00	-186.30	230.00	-245.00
40.00	57.90	100.00	-111.00	160.00	-216.00	240.00	-247.00
45.00	54.10	105.00	-115.40	165.00	-227.00	250.00	-247.00
50.00	49.50	110.00	-118.50	170.00	-232.00		
55.00	43.70	115.00	-122.00	175.00	-236.00		



Grafica 15. 4ta curva de ultramicrovaloración de microelectrodo 3.

Tabla 17. 5ta ultramicrovaloración de 300 μL de H_3PO_4 (0.0059M) con NaOH (0.0234) con microelectrodo 3.

V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)	V (μL)	E (mV)
0.00	69.20	60.00	17.50	120.00	-62.70	180.00	-140.70
5.00	67.10	65.00	-10.80	125.00	-66.60	185.00	-141.20
10.00	65.10	70.00	-32.80	130.00	-71.80	190.00	-142.40
15.00	63.30	75.00	-39.80	135.00	-84.50	195.00	-143.10
20.00	61.10	80.00	-44.60	140.00	-101.40	200.00	-144.00
25.00	58.50	85.00	-47.60	145.00	-112.60	210.00	-145.20
30.00	55.60	90.00	-50.60	150.00	-120.70	220.00	-146.30
35.00	53.40	95.00	-51.90	155.00	-125.20	230.00	-147.30
40.00	49.10	100.00	-53.90	160.00	-128.90	240.00	-148.50
45.00	44.60	105.00	-55.70	165.00	-132.40	250.00	-149.70
50.00	39.30	110.00	-57.90	170.00	-135.80		
55.00	30.60	115.00	-60.00	175.00	-139.20		



Grafica 16. 5ta ultramicrovaloración de microelectrodo 3.

A lo largo de la experimentación se verificó que los puntos de equivalencia de las gráficas 2-16 fueran similares, lo cual se cumplió en los 3 microelectrodos construidos. Además se notó que el punto inicial de todas las gráficas es diferente entre sí, por lo cual se cree que los metales presentes en el acero generan esa interferencia lo cual no permite que se establezca un potencial constante inicial.

5.5 Determinación de puntos de equivalencia por el método de la primera derivada

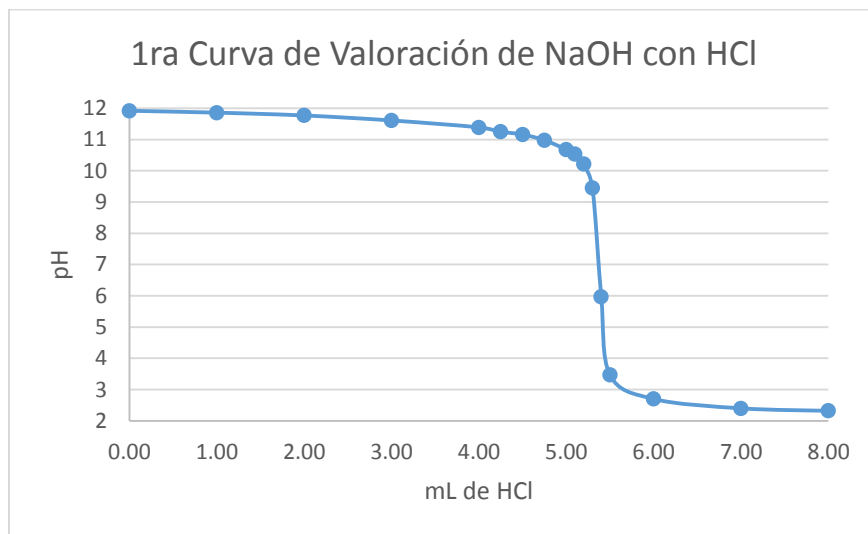
Se determinó el punto de equivalencia se usó la metodología de la primera derivada, en la cual se calcula la variación de potencial por unidad de volumen entre lecturas consecutivas y el volumen promedio:

$$\frac{\Delta E}{\Delta v} = f(\bar{v})$$

En donde al graficar estos valores, se obtiene una curva donde los valores máximos corresponden a los puntos de equivalencia.

5.5.1 Determinación de la concentración de NaOH con electrodo convencional

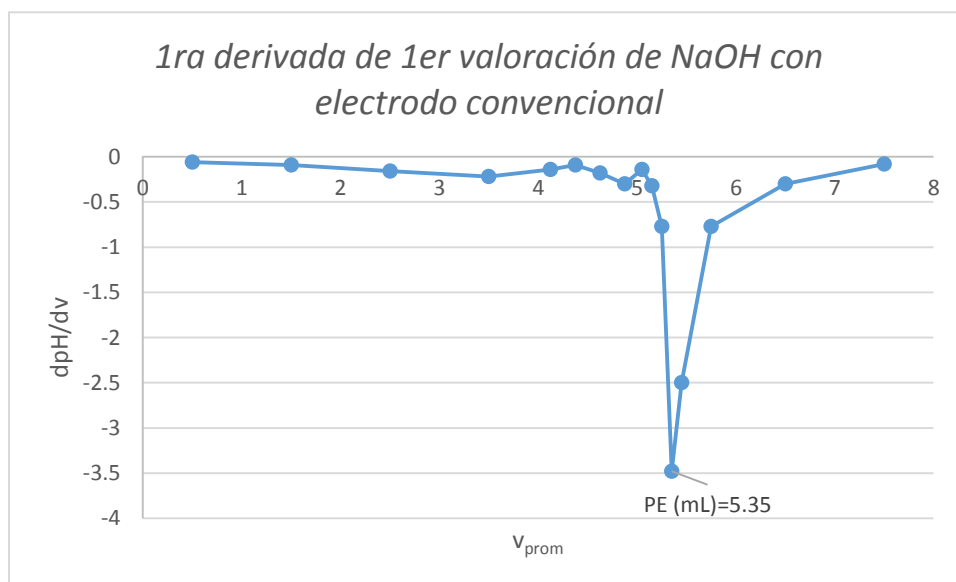
Se realizaron 3 valoraciones de NaOH, esto con la finalidad de estandarizar la solución para realizar las valoraciones con los microelectrodos construidos, utilizando el método de la primera derivada obtuvimos:



Grafica 17. 1ra Curva de valoraciones de NaOH con HCl con electrodo convencional.

Tabla 18. Datos de la 1ra derivada de la 1ra valoración de NaOH con electrodo convencional.

V(mL)	pH	Δv	ΔpH	$(v_1+v_2)/2$	$\Delta pH/\Delta v$
0.00	11.92	1.00	-0.06	0.500	-0.06
1.00	11.86	1.00	-0.09	1.500	-0.09
2.00	11.77	1.00	-0.16	2.500	-0.16
3.00	11.61	1.00	-0.22	3.500	-0.22
4.00	11.39	0.25	-0.14	4.125	-0.56
4.25	11.25	0.25	-0.09	4.375	-0.36
4.50	11.16	0.25	-0.18	4.625	-0.72
4.75	10.98	0.25	-0.3	4.875	-1.20
5.00	10.68	0.10	-0.14	5.050	-1.40
5.10	10.54	0.10	-0.32	5.150	-3.20
5.20	10.22	0.10	-0.77	5.250	-7.70
5.30	9.45	0.10	-3.48	5.350	-34.8
5.40	5.97	0.10	-2.50	5.450	-25.0
5.50	3.47	0.50	-0.77	5.750	-1.54
6.00	2.70	1.00	-0.30	6.500	-0.30
7.00	2.40	1.00	-0.08	7.500	-0.08
8.00	2.32	-8.00	-2.32	4.00	0.29



Grafica 18. 1ra derivada de 1er valoración de NaOH con electrodo convencional.

Mediante este procedimiento que se realizó a cada una de las valoraciones (las gráficas de las valoraciones 2 y 3 se encuentran en el anexo 4), obtuvimos los siguientes resultados:

Valoración	1	2	3	V _{promedio}
Volumen de P.E. (mL)	5.35	5.25	5.375	5.325

Tabla 19. Volúmenes de punto de equivalencia NaOH con electrodo convencional

Una vez obtenido el volumen promedio de HCl se determinó la concentración real que esta tenía, mediante:

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

Tomando en cuenta que se conocía la concentración de HCl (0.025M) y el volumen de alícuota (5mL) que se utilizó del estándar, además de la cantidad utilizada de NaOH (5.325 mL) para llegar al punto de equivalencia obtenemos:

$$C_{NaOH} = 0.0234M$$

5.5.2 Determinación de la concentración de H₃PO₄ con electrodo convencional

Mediante el procedimiento de la primera derivada que se realizó a cada una de las valoraciones (las gráficas de las valoraciones se encuentran en el anexo 4), obtuvimos los siguientes resultados:

Valoración	1	2	3	4	5	V _{promedio}
Volumen de P.E. (mL)	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25

Tabla 20. Puntos de equivalencia de la estandarización de H₃PO₄

Tomando en cuenta que se conocía la concentración de NaOH (0.0234M) y el volumen del primer punto de equivalencia (1.25 mL), esto debido a que como se mencionó anteriormente, este es el punto de equivalencia más cuantitativo, además de la cantidad de alícuota de H₃PO₄ (5 mL), obtenemos la concentración de H₃PO₄:

$$C_{H_3PO_4} = 0.0059M$$

5.5.3 Determinación de la concentración de H₃PO₄ con microelectrodo electropulido

Mediante el procedimiento de la primera derivada que se realizó a cada una de las valoraciones (las gráficas de las valoraciones se encuentran en el anexo 5), obtuvimos los siguientes resultados:

Valoración	1	2	3	4	5	V _{promedio}
Volumen de P.E. (μL)	57.5	67.5	62.5	72.5	67.5	65.5

Tabla 21. Puntos de equivalencia microelectrodo 2

Tomando en cuenta que se conocía la concentración de NaOH (0.0234M) y el volumen del primer punto de equivalencia (65.5 µL) que se utilizó del estándar, además de la cantidad de alícuota de H₃PO₄ (300 µL), obtenemos la concentración de H₃PO₄:

$$C_{H_3PO_4} = 0.0051M$$

5.6 Error experimental

Una vez obtenidos los valores de las concentraciones con el electrodo convencional y con los electrodos electropulidos, podemos determinar el error experimental de cada uno de los electrodos tomando como medida de comparación la concentración calculada de H₃PO₄.

Electrodo	Convencional	Microelectrodo 1	Microelectrodo 2	Microelectrodo 3
Concentración (M)	0.0059	0.0054	0.0051	0.0051

Tabla 22. Concentraciones de H₃PO₄

Para el cálculo del error se utilizó la siguiente formula:

$$\%error = \frac{C_{convencional} - C_{calculada}}{C_{convencional}} \times 100$$

$$\%error = \frac{0.0059 - 0.0051}{0.0059} \times 100 = 13.14$$

De este modo se calcularon los porcentajes de error para los electrodos faltantes obteniendo los siguientes resultados:

Microelectrodo	1	2	3
% error	9.17	13.14	13.14

Tabla 23. Porcentaje de error

Este porcentaje de error se debe a la composición de la solución utilizada, por lo que se realizó un análisis estadístico con la finalidad de establecer la confiabilidad y la capacidad de reproducir las curvas de valoración obtenidas.

5.7 Análisis estadístico (t de student)

Con la finalidad de realizar la comparación en cuanto a desempeño del cada uno de los electrodos elaborados, se realizó la prueba estadística de t student utilizando como datos estadísticos los puntos de equivalencia que arrojó el método de la primera derivada, por lo que se utilizaron las siguientes formulas:

$$t = \frac{\bar{P}E_{Microelectrodo} - [(\bar{P}E_{Electrodo\ Convencional})(f)]}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

Donde:

s = la varianza

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{Microelectrodo} (PE_j - \bar{P}E_{Microelectrodo})^2 + \sum_{Electrodo\ Convencional} (PE_i - \bar{P}E_{Electrodo\ Convencional})^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

n_1 = número de valoraciones electrodo armado

n_2 = número de valoraciones electrodo convencional

f = factor de conversión (0.06) debido a la relación de volúmenes valorados

PE_j = Punto de equivalencia de cada una de las valoraciones del microelectrodo

PE_i = Punto de equivalencia de cada una de las valoraciones del electrodo convencional

$\bar{P}E_{Microelectrodo}$ = Punto de equivalencia promedio del microelectrodo

$\bar{P}E_{Electrodo\ Convencional}$ = Punto de equivalencia promedio del electrodo convencional

De acuerdo a estas fórmulas obtuvimos los siguientes resultados:

PE_j (μL)	PE_i (mL)	PE_j (mL)	$(PE_j - \bar{P}E_{Microelectrodo})^2$	$(PE_i)(f)$	$(PE_i - \bar{P}E_{Electrodo\ Convencional})^2$
57.50	1.25	0.0575	6.40E-05	0.08	0.00
67.50	1.25	0.0675	4.00E-06	0.08	0.00
62.50	1.25	0.0625	9.00E-06	0.08	0.00
72.50	1.25	0.0725	4.90E-05	0.08	0.00
67.50	1.25	0.0675	4.00E-06	0.08	0.00

Tabla 24. Datos para cálculos de varianza con datos del microelectrodo 2

$\bar{P}E_{Electrodo\ Armado}$	$\bar{P}E_{Electrodo\ Convencional}$	n_1	n_2	$\sum_{Microelectrodo}$	$\sum_{Electrodo\ Convencional}$	s	t
0.07	0.08	5	5	1.30E-04	0.00	4.03E-03	3.73

Tabla 25. Calculo de t student para el microelectrodo 2

Con el resultado obtenido de t y mediante la tabla de valores de t de Student, se determinó el nivel de confianza del electrodo debido a los grados de libertad ($n-1$), los valores de nivel de confianza para los grados de libertad (4) son los siguientes

Grados de libertad	Nivel de confianza (%)					
	90	95	98	99	99.5	99.9
4	2.132	2.776	3.747	4.604	5.598	8.610

Tabla 26. Valores de la t de student¹⁴

Mediante el análisis estadístico de la t de Student que se realizó a cada una de los electrodos (las tablas se encuentran en el anexo 4) y comparando el valor obtenido con la tabla anterior, obtuvimos el nivel de confianza para cada uno de los microelectrodos construidos:

Microelectrodo	T	Nivel de confianza (%)
1	3.47	98
2	3.73	98
3	3.73	98

Tabla 27. Nivel de confianza de los electrodos

Se estimó un nivel de confianza de 98%, esto debido a que el valor obtenido mediante el análisis estadístico está más próximo al 98%, por lo que podemos establecer que cada uno de los electrodos puede reproducir de manera confiable el experimento.

¹⁴ Harris, Daniel (2013). Análisis químico cuantitativo (3ra edición), Intervalos de confianza (pp. 66-67). Barcelona. Reverté.

6 Conclusiones

Se lograron construir 3 microelectrodos combinados electropulido-electropulido para seguir potenciométricamente las valoraciones de ácido fosfórico (0.0059M) con hidróxido de sodio (0.0234M).

Con los microelectrodos elaborados las cuantificaciones realizadas no tuvieron diferencias significativas con las valoraciones convencionales en cuanto la geometría de las gráficas y de acuerdo con los resultados obtenidos con el análisis estadístico de t de student, el experimento se puede repetir de forma confiable con los microelectrodos construidos, por lo que el porcentaje de error no es significativo ya que estamos evaluando la capacidad de respuesta de los microelectrodos y no la composición de las soluciones utilizadas

Este tipo de microelectrodos elaborados permite realizar ultramicrovaloraciones (volúmenes por valorar de 0.3 mL) de ácido fosfórico con el consiguiente ahorro de reactivos y minimización de residuos, puesto que la cantidad total generada fue de 0.06 mL por experimento, por lo que se disminuyó considerablemente la cantidad de residuos.

En conclusión, los microelectrodos elaborados cumplen satisfactoriamente con los objetivos estipulados y con ello abre un camino para el estudio de esta nueva tecnología y para que en un futuro pueda ser aplicada en los laboratorios de química analítica de la facultad.

Este tipo de tecnología puede ser reproducible por los alumnos con la ayuda de la metodología generada, ya que las geometrías de las gráficas obtenidas con los microelectrodos construidos tienen el mismo comportamiento que las realizadas con electrodos convencionales logrando con esto que los estudiantes tengan un mayor aprendizaje del principio de funcionamiento de los electrodos.

7 Bibliografía

- Belarra, Miguel Angel (2011). Introducción a la química analítica (1ra Edición). Zaragoza. Prensa Universitaria de Zaragoza.
- Charlot, G., Badoz-Lambling, J. & Trémillon, B. (1969). Las reacciones electroquímicas. España: Toray-Masson.
- Dean A., J. (Ed.). (1990). Manual de Química. McGraw Hill.
- Harris, C. D. (2013). Análisis químico cuantitativo (3ra edición). Barcelona: Reverté.
- Ibáñez, J. G. (2000). La química en microescala en México: Hacia una panorámica general. Educación química, 11(1), 168-171.
- Orozco, D. F. (1997). Análisis químico cuantitativo. México: Editorial Porrúa.
- Pérez, S. J. de J., Rincón, A. S. & Tenorio, M. H. (2013). Construcción de un electrodo combinado posai-posai para microvaloraciones ácido-base. Tecnología en Marcha, 26(4).
- Rincón, A. S. & Pérez, S. J. de J. (2003). Potenciometría con volúmenes a nivel microescala en educación. Educación química, 14(3), 148-151.
- Rouessac, Francis (2003). Análisis químico, métodos y técnicas instrumentales modernas (1ra Edición). Madrid. Mc Graw Hill.
- Skoog, Douglas (2015). Fundamentos de química analítica (9na Edición). México. CENAGE Learning.
- Torres, E. E. & Castellón, S. A. J. P. (2000). Minimización del impacto ecológico empleando microescala en los laboratorios de enseñanza química. Educación química, 11(2), 262-266.

Anexos

WU6X02

8 Anexo 1: Material y equipo

Material	Equipo
1 soporte universal completo	1 agitador magnético
1 bureta de 10 mL	1 fuente de poder
1 pipeta volumétrica de 0.5 mL	1 pHmetro
1 pipeta volumétrica de 1 mL	2 microburetas
1 pipeta volumétrica de 25 mL	1 multipipeta de 5 μ L-100 μ L marca eppendorf
1 matraz volumétrico de 10 mL	1 multipipeta de 25 μ L-250 μ L marca eppendorf
3 matraces volumétricos de 100 mL	1 agitador magnético convecional
1 vaso de precipitado de 25 mL	1 microagitador magnético
1 vaso de precipitado de 50 mL	6 alambres de acero 360 de 75 milésimas y 7.5 cm de largo
3 copas tequileras	1 balanza analítica
3 tubos capilares	1 electrodo combinado de vidrio
3 tubos de vidrio de 1 cm de diámetro x 3 cm de largo	2 cables caimán-caimán
3 tubos de vidrio de 0.5 cm de diámetro x 4 cm de largo	1 conector BNC con 2 caimanes
1 Puente salino agar-agar	
1 Piseta	
1 espátula de acero	
3 soluciones buffer (pH 4, 7 y 10)	

9 Anexo 2: Preparación de soluciones

9.1 Hidróxido de sodio

Se realizaron los cálculos para la obtención de una solución de 100 mL de NaOH (0.03M). Posteriormente se pesaron 0.112 gr de reactivo analítico de NaOH y se aforo a 100 mL.

Peso Molecular (gr/mol)	Pureza (%)	Volumen Solución (mL)	Concentración Teórica (M)
40	99	100	0.03

Tabla 28. Datos de reactivo analítico de NaOH

$$\left| \frac{3 \times 10^{-2} \text{ mol de RP}}{L} \right| \left| \frac{40 \text{ gr RP}}{1 \text{ mol de RP}} \right| \left| \frac{100 \text{ gr RA}}{99 \text{ gr RP}} \right| * 0.1 L = 0.1212 \text{ gr RA}$$

Con ayuda de una balanza analítica y mediante la utilización de un vidrio de reloj se pesaron 0.14 gr de RA por lo que fue necesario determinar experimentalmente la concentración real de la solución de NaOH

9.2 Ácido fosfórico

Se realizaron los cálculos para la obtención de una solución de 100 mL de H₃PO₄ (0.01M). Posteriormente se tomaron 0.5 mL del ácido H₃PO₄ concentrado y se aforó con cama de agua a 100 mL.

Peso Molecular (gr/mol)	Pureza (%)	Densidad (gr/mL)	Volumen Solución Primaria (mL)	Volumen Solución Final (mL)	Concentración Solución Primaria (M)	Concentración Solución Diluida (M)
98	87.5	1.68	10	100	1	0.01

Tabla 29. Datos de reactivo analítico de H₃PO₄

$$\left| \frac{1 \text{ mol de RP}}{L} \right| \left| \frac{98 \text{ gr RP}}{1 \text{ mol de RP}} \right| \left| \frac{1 \text{ ml RP}}{1.68 \text{ gr RP}} \right| \left| \frac{100 \text{ mL RA}}{87.5 \text{ mL RP}} \right| * 0.01 L = 0.066 \text{ mL RA}$$

Debido a que la cantidad más pequeña que se podía tomar con una pipeta volumétrica es de 0.5 mL del ácido concentrado, se tomó esta cantidad

$$0.5 \text{ mL RA} \left| \frac{87.5 \text{ mL RA}}{100 \text{ mL RP}} \right| \left| \frac{1.68 \text{ gr RP}}{1 \text{ mL RP}} \right| \left| \frac{1 \text{ mol RP}}{98 \text{ gr RP}} \right| \left| \frac{1}{0.01L} \right| = 0.745 M$$

Posteriormente se realizó una dilución correspondiente de 1 mL en 100 mL quedando los cálculos de la siguiente manera:

$$C_1V_1 = C_2V_2 \rightarrow C_2 = \frac{C_1V_1}{V_2}$$
$$C_2 = \frac{(0.745M)(1mL)}{100 mL} = 0.00745M$$

Este resultado es teórico por lo que fue necesario determinar la concentración real experimentalmente

9.3 Ácido clorhídrico

Se usó una dilución 25/100 de una solución estándar de HCl (0.0997M) para obtener una concentración final de ácido de 0.025M.

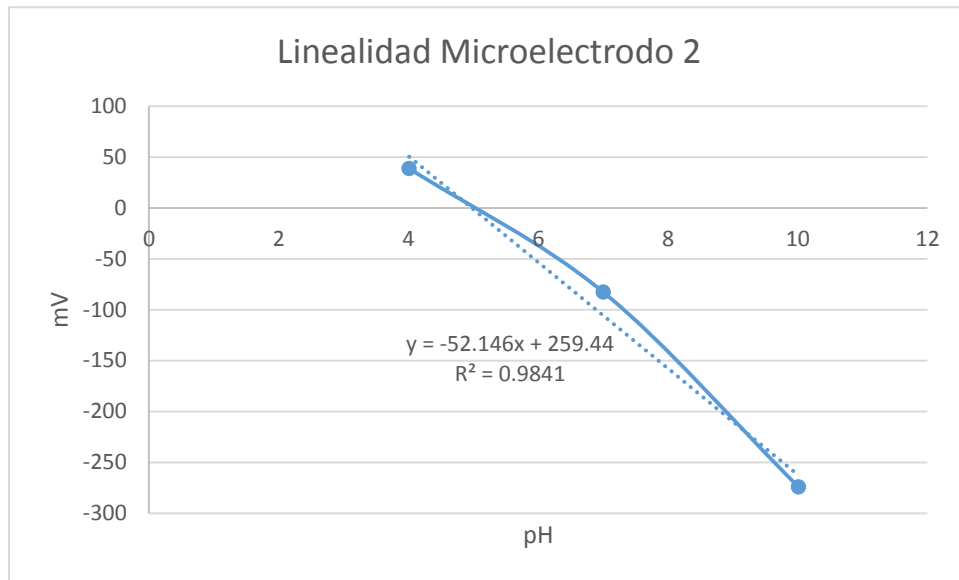
Se utilizó una solución estandarizada de HCl de 0.098M, se tomaron 25 mL y se aforaron en 100 mL con el fin de estandarizar el NaOH

$$C_{HCl\ diluida} = \frac{(0.0997M)(25mL)}{100 mL} = 0.025 M$$

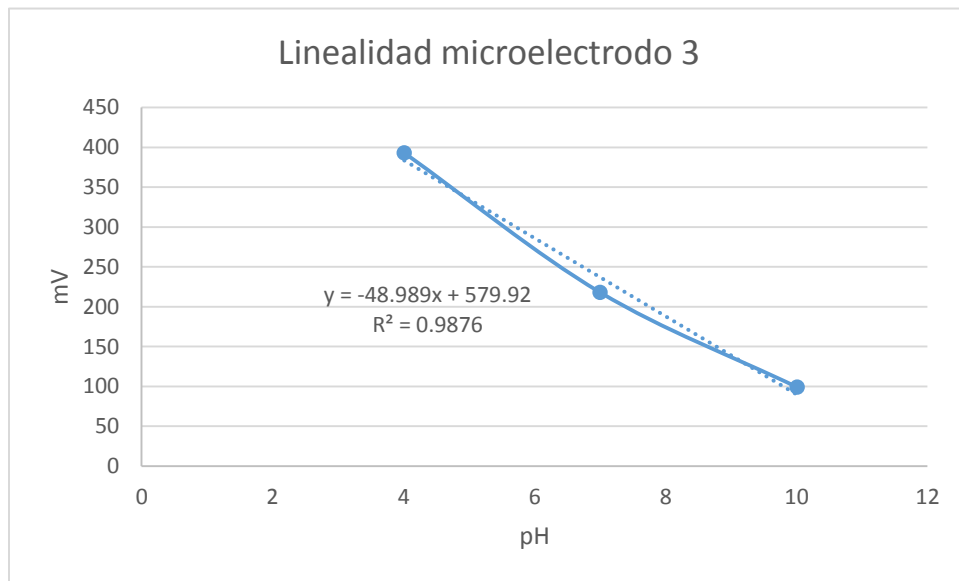
9.4 Nitrato de potasio (KNO₃)

Se realizó una solución saturada de KNO₃ de 100 mL

11 Anexo 3: Linealidad de microelectrodos



Grafica 19. Linealidad microelectrodo 2



Grafica 20. Linealidad microelectrodo 3

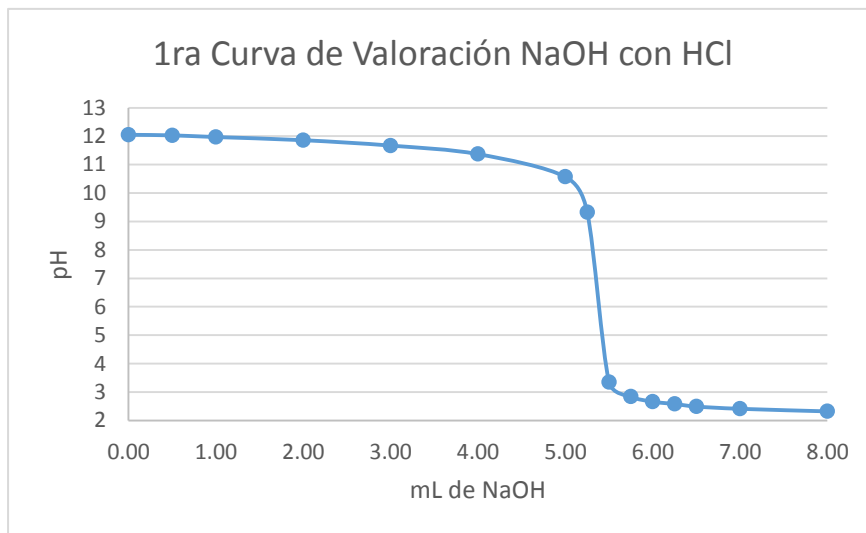
12 Anexo 4: Estandarización de soluciones

12.1 Hidróxido de Sodio (NaOH)

Se realizaron 3 valoraciones tomando como alícuota 5 mL de HCl (0.025M) con la solución preparada de NaOH empleando un electrodo convencional de vidrio, obteniendo los siguientes resultados.

V(mL)	pH
0.00	12.05
0.50	12.03
1.00	11.97
2.00	11.86
3.00	11.67
4.00	11.37
5.00	10.57
5.25	9.33
5.50	3.35
5.75	2.84
6.00	2.66
6.25	2.58
6.50	2.49
7.00	2.41
8.00	2.32

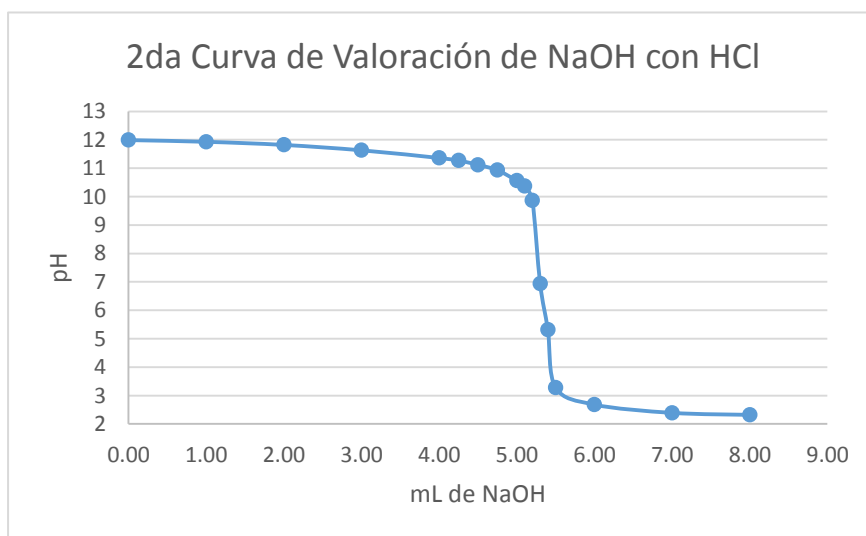
Tabla 30 1ra Valoración NaOH con HCl



Grafica 21. 1ra Curva de Valoración NaOH con HCl

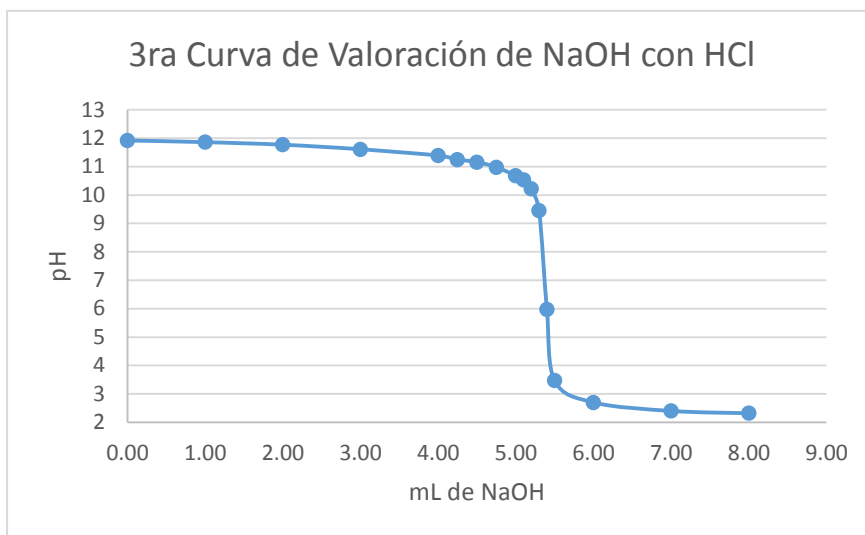
V(mL)	pH
0.00	11.99
1.00	11.93
2.00	11.82
3.00	11.63
4.00	11.36
4.25	11.27
4.50	11.12
4.75	10.93
5.00	10.56
5.10	10.37
5.20	9.87
5.30	6.94
5.40	5.31
5.50	3.28
6.00	2.68
7.00	2.39
8.00	2.32

Tabla 31. 2da Valoración NaOH con HCl



Grafica 22. 2da Curva de Valoración de NaOH con HCl

V(mL)	pH
0.00	11.92
1.00	11.86
2.00	11.77
3.00	11.61
4.00	11.39
4.25	11.25
4.50	11.16
4.75	10.98
5.00	10.68
5.10	10.54
5.20	10.22
5.30	9.45
5.40	5.97
5.50	3.47
6.00	2.7
7.00	2.4
8.00	2.32



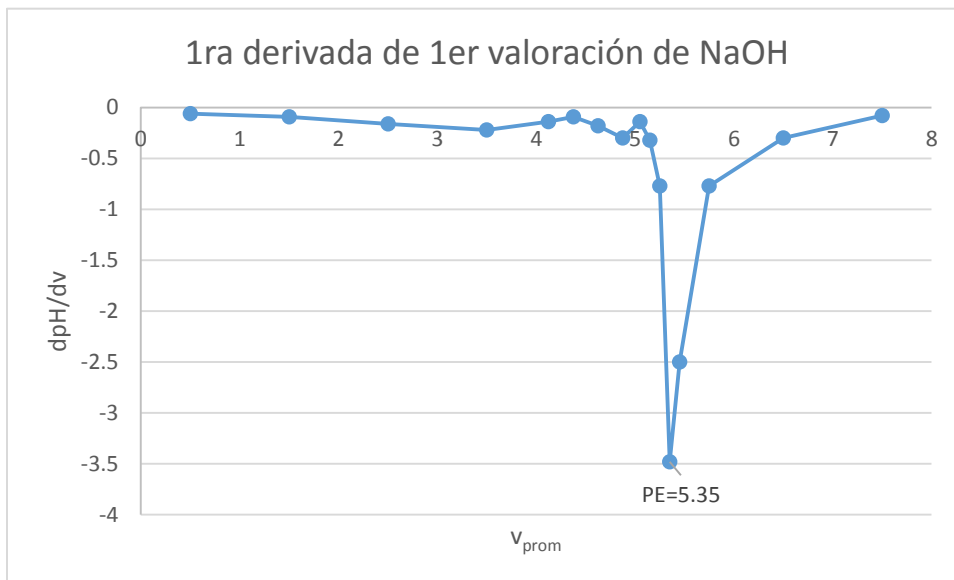
Grafica 23. 3ra Curva de Valoración de NaOH con HCl

Tabla 32. 3ra Valoración de NaOH con HCl

12.2 1ra Derivada NaOH electrodo convencional

V(mL)	pH	dv	dpH	(v1+v2)/2	dpH/dV
0	11.92	1	-0.06	0.5	-0.06
1	11.86	1	-0.09	1.5	-0.09
2	11.77	1	-0.16	2.5	-0.16
3	11.61	1	-0.22	3.5	-0.22
4	11.39	0.25	-0.14	4.125	-0.56
4.25	11.25	0.25	-0.09	4.375	-0.36
4.5	11.16	0.25	-0.18	4.625	-0.72
4.75	10.98	0.25	-0.3	4.875	-1.2
5	10.68	0.1	-0.14	5.05	-1.4
5.1	10.54	0.1	-0.32	5.15	-3.2
5.2	10.22	0.1	-0.77	5.25	-7.7
5.3	9.45	0.1	-3.48	5.35	-34.8
5.4	5.97	0.1	-2.5	5.45	-25
5.5	3.47	0.5	-0.77	5.75	-1.54
6	2.7	1	-0.3	6.5	-0.3
7	2.4	1	-0.08	7.5	-0.08
8	2.32	-8	-2.32	4	0.29

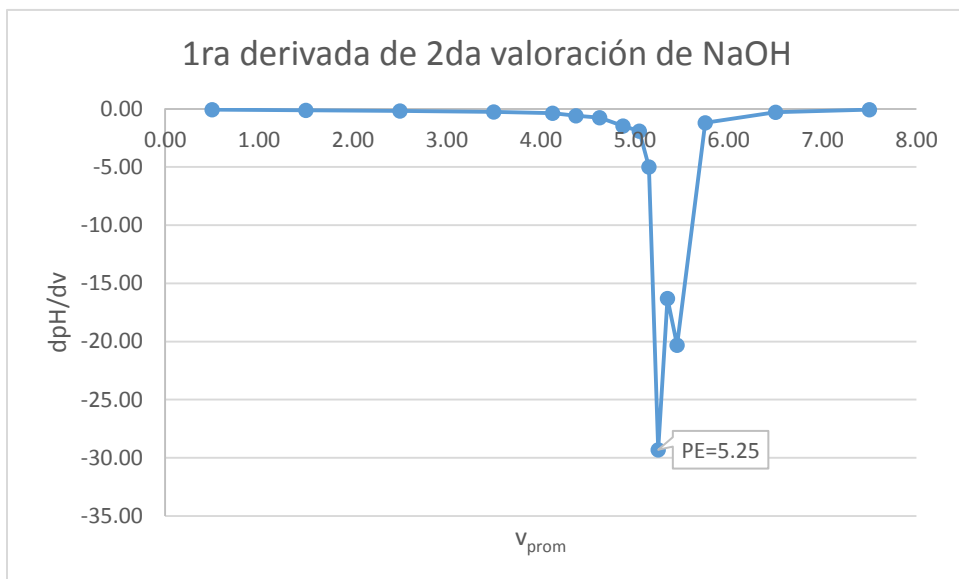
Tabla 33. Datos de 1ra derivada de la 1er valoración de NaOH



Grafica 24. 1ra derivada de 1er valoración de NaOH

V(mL)	pH	dv	dpH	(v1+v2)/2	dpH/dV
0.00	11.99	1.00	-0.06	0.50	-0.06
1.00	11.93	1.00	-0.11	1.50	-0.11
2.00	11.82	1.00	-0.19	2.50	-0.19
3.00	11.63	1.00	-0.27	3.50	-0.27
4.00	11.36	0.25	-0.09	4.13	-0.36
4.25	11.27	0.25	-0.15	4.38	-0.60
4.50	11.12	0.25	-0.19	4.63	-0.76
4.75	10.93	0.25	-0.37	4.88	-1.48
5.00	10.56	0.10	-0.19	5.05	-1.90
5.10	10.37	0.10	-0.50	5.15	-5.00
5.20	9.87	0.10	-2.93	5.25	-29.30
5.30	6.94	0.10	-1.63	5.35	-16.30
5.40	5.31	0.10	-2.03	5.45	-20.30
5.50	3.28	0.50	-0.60	5.75	-1.20
6.00	2.68	1.00	-0.29	6.50	-0.29
7.00	2.39	1.00	-0.07	7.50	-0.07
8.00	2.32	-8.00	-2.32	4.00	0.29

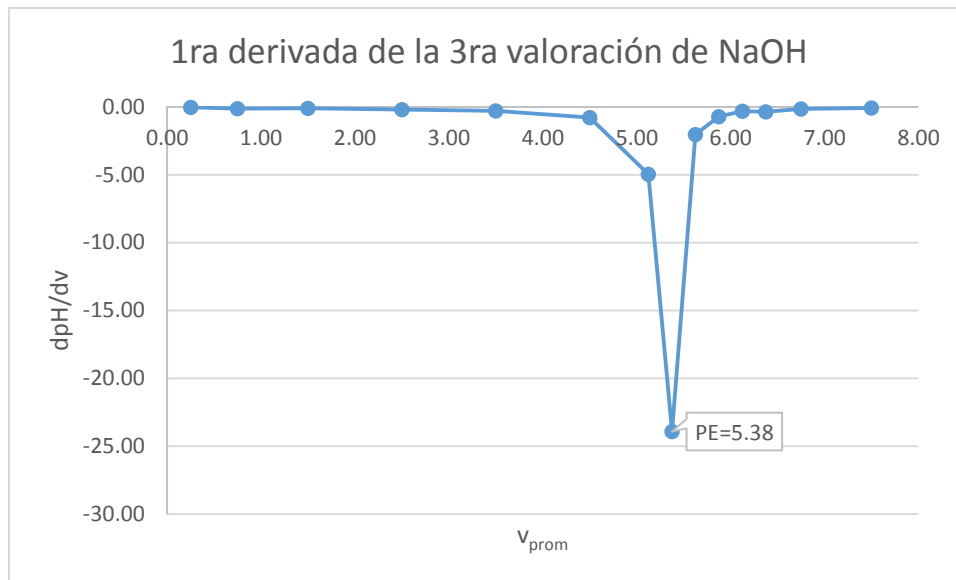
Tabla 34. Datos de 1ra derivada de la 2da valoración de NaOH



Grafica 25. 1ra derivada de 2da valoración de NaOH

V(mL)	pH	dv	dpH	(v1+v2)/2	dpH/dV
0.00	12.05	0.50	-0.02	0.25	-0.04
0.50	12.03	0.50	-0.06	0.75	-0.12
1.00	11.97	1.00	-0.11	1.50	-0.11
2.00	11.86	1.00	-0.19	2.50	-0.19
3.00	11.67	1.00	-0.30	3.50	-0.30
4.00	11.37	1.00	-0.80	4.50	-0.80
5.00	10.57	0.25	-1.24	5.13	-4.96
5.25	9.33	0.25	-5.98	5.38	-23.92
5.50	3.35	0.25	-0.51	5.63	-2.04
5.75	2.84	0.25	-0.18	5.88	-0.72
6.00	2.66	0.25	-0.08	6.13	-0.32
6.25	2.58	0.25	-0.09	6.38	-0.36
6.50	2.49	0.50	-0.08	6.75	-0.16
7.00	2.41	1.00	-0.09	7.50	-0.09
8.00	2.32	-8.00	-2.32	4.00	0.29

Tabla 35. Datos de 1ra derivada de la 3ra valoración de NaOH



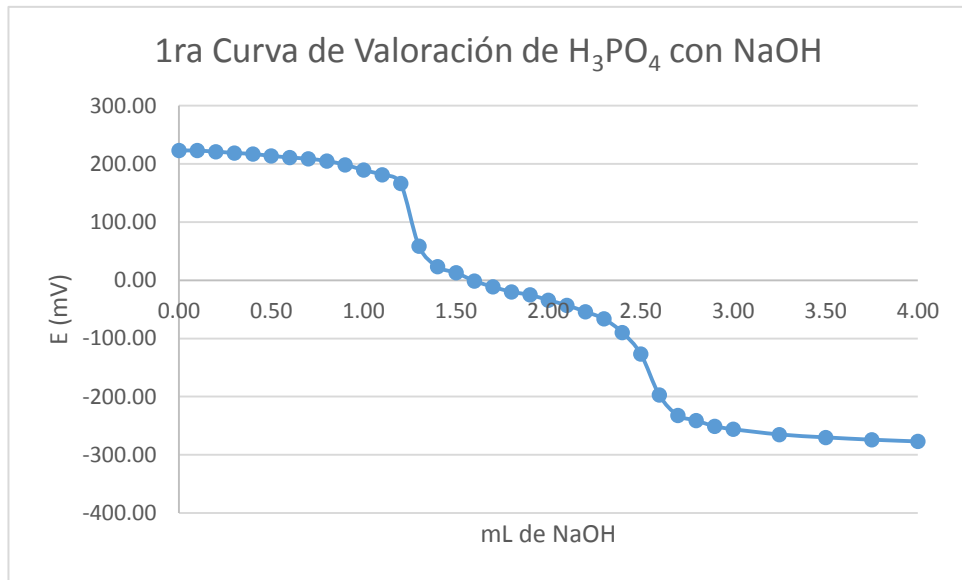
Grafica 26. 1ra derivada de la 3ra valoración de NaOH

12.3 Ácido fosfórico (H_3PO_4)

Se realizaron 5 valoraciones tomando como alícuota 5 mL de la solución preparada de H_3PO_4 con la solución previamente estandarizada de NaOH empleando un electrodo convencional de vidrio, se obtuvieron los siguientes resultados.

V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV
0.00	223.00	0.90	198.70	1.80	-19.80	2.70	-232.00
0.10	223.00	1.00	189.40	1.90	-25.10	2.80	-241.00
0.20	221.00	1.10	181.50	2.00	-34.10	2.90	-251.00
0.30	219.00	1.20	166.80	2.10	-43.00	3.00	-256.00
0.40	217.00	1.30	58.50	2.20	-53.90	3.25	-265.00
0.50	214.00	1.40	23.40	2.30	-66.20	3.50	-270.00
0.60	211.00	1.50	13.00	2.40	-89.60	3.75	-274.00
0.70	209.00	1.60	-1.10	2.50	-126.40	4.00	-277.00
0.80	205.00	1.70	-11.10	2.60	-197.00		

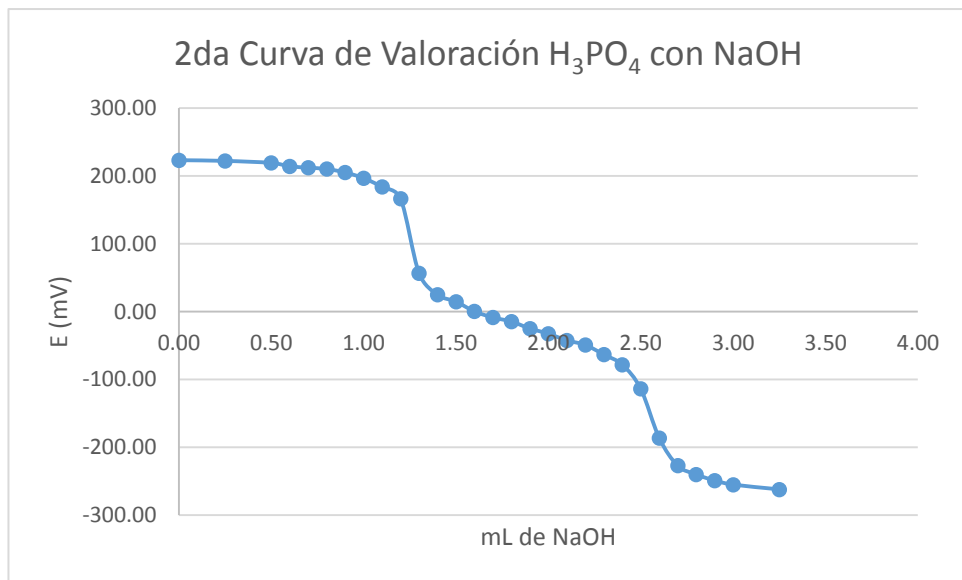
Tabla 36. 1ra Valoración de H_3PO_4 con NaOH



Grafica 27. 1ra Curva de Valoración de H_3PO_4 con NaOH

V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV
0.00	223.00	1.10	183.70	1.90	-25.00	2.70	-227.00
0.25	222.00	1.20	166.40	2.00	-32.60	2.80	-240.00
0.50	219.00	1.30	56.70	2.10	-42.50	2.90	-249.00
0.60	214.00	1.40	24.80	2.20	-49.20	3.00	-255.00
0.70	212.00	1.50	14.60	2.30	-63.30	3.25	-262.00
0.80	210.00	1.60	0.20	2.40	-78.40	3.50	-269.00
0.90	205.00	1.70	-8.80	2.50	-113.80	3.75	-273.00
1.00	196.50	1.80	-14.70	2.60	-186.20	4.00	-276.00

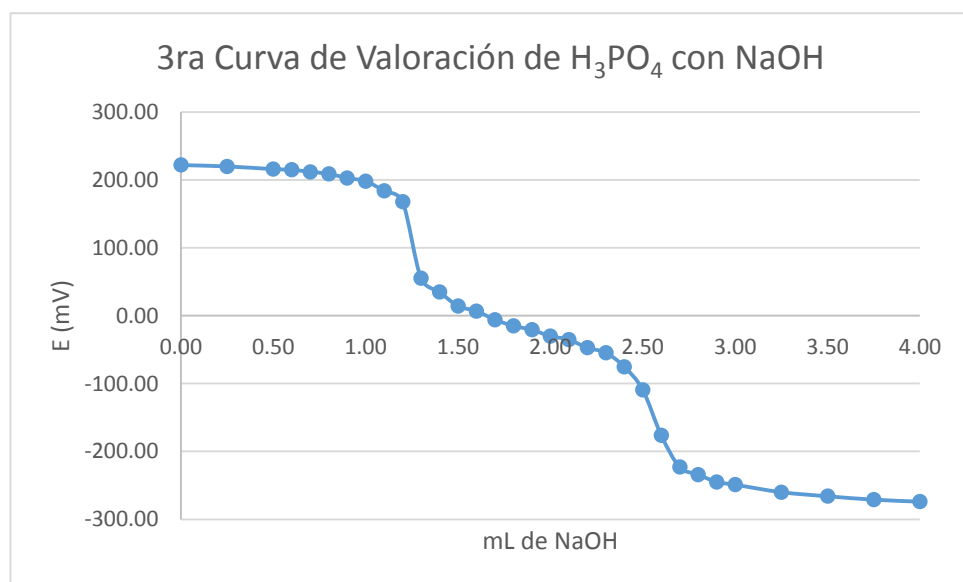
Tabla 37. 2da Valoración H_3PO_4 con NaOH



Grafica 28. 2da Curva de Valoración H_3PO_4 con NaOH

V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV
0.00	222.00	1.10	184.10	1.90	-20.60	2.70	-223.00
0.25	220.00	1.20	168.10	2.00	-30.10	2.80	-234.00
0.50	216.00	1.30	55.40	2.10	-35.20	2.90	-245.00
0.60	215.00	1.40	34.90	2.20	-47.20	3.00	-249.00
0.70	212.00	1.50	14.40	2.30	-54.50	3.25	-260.00
0.80	209.00	1.60	6.80	2.40	-75.20	3.50	-266.00
0.90	203.00	1.70	-5.80	2.50	-109.10	3.75	-271.00
1.00	198.10	1.80	-15.10	2.60	-176.00	4.00	-274.00

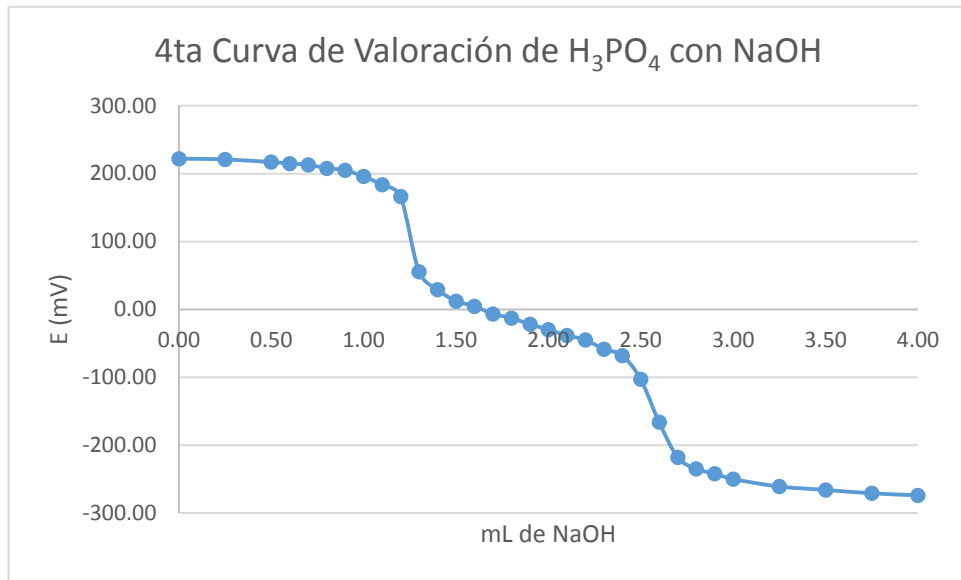
Tabla 38. 3ra Valoración H_3PO_4 con NaOH



Gráfica 29. 3ra Curva de Valoración de H_3PO_4 con NaOH

V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV
0.00	222.00	1.10	183.60	1.90	-22.00	2.70	-218.00
0.25	221.00	1.20	166.20	2.00	-29.70	2.80	-235.00
0.50	217.00	1.30	55.60	2.10	-38.50	2.90	-242.00
0.60	215.00	1.40	29.00	2.20	-44.90	3.00	-250.00
0.70	213.00	1.50	12.30	2.30	-58.50	3.25	-261.00
0.80	208.00	1.60	4.80	2.40	-68.20	3.50	-266.00
0.90	205.00	1.70	-6.90	2.50	-103.10	3.75	-271.00
1.00	195.80	1.80	-12.70	2.60	-166.30	4.00	-274.00

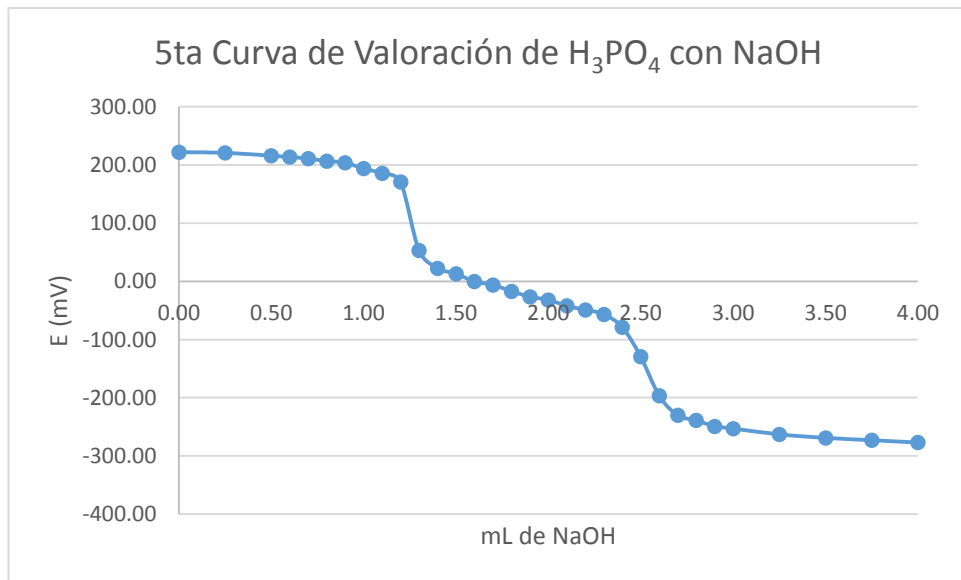
Tabla 39. 4ta Valoración de H_3PO_4 con NaOH



Grafica 30. 4ta Curva de Valoración de H_3PO_4 con NaOH

V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV	V (mL)	mV
0.00	222.00	1.10	185.90	1.90	-26.40	2.70	-230.00
0.25	221.00	1.20	170.80	2.00	-31.80	2.80	-239.00
0.50	216.00	1.30	53.40	2.10	-42.10	2.90	-249.00
0.60	214.00	1.40	22.60	2.20	-48.90	3.00	-253.00
0.70	211.00	1.50	13.20	2.30	-56.50	3.25	-263.00
0.80	207.00	1.60	-0.10	2.40	-78.90	3.50	-269.00
0.90	204.00	1.70	-6.00	2.50	-129.50	3.75	-273.00
1.00	193.90	1.80	-16.90	2.60	-196.50	4.00	-277.00

Tabla 40. 5ta Valoración de H_3PO_4 con NaOH

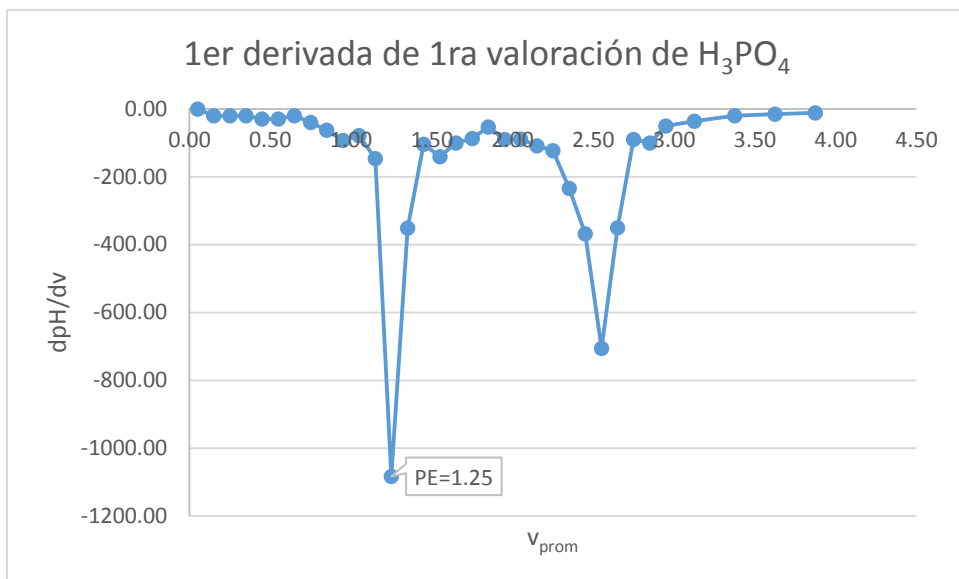


Grafica 31. 5ta Curva de Valoración de H_3PO_4 con NaOH

12.4 1ra Derivada H₃PO₄ electrodo convencional

V (mL)	mV	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	223.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.10	223.00	0.10	-2.00	0.15	-20.00
0.20	221.00	0.10	-2.00	0.25	-20.00
0.30	219.00	0.10	-2.00	0.35	-20.00
0.40	217.00	0.10	-3.00	0.45	-30.00
0.50	214.00	0.10	-3.00	0.55	-30.00
0.60	211.00	0.10	-2.00	0.65	-20.00
0.70	209.00	0.10	-4.00	0.75	-40.00
0.80	205.00	0.10	-6.30	0.85	-63.00
0.90	198.70	0.10	-9.30	0.95	-93.00
1.00	189.40	0.10	-7.90	1.05	-79.00
1.10	181.50	0.10	-14.70	1.15	-147.00
1.20	166.80	0.10	-108.30	1.25	-1083.00
1.30	58.50	0.10	-35.10	1.35	-351.00
1.40	23.40	0.10	-10.40	1.45	-104.00
1.50	13.00	0.10	-14.10	1.55	-141.00
1.60	-1.10	0.10	-10.00	1.65	-100.00
1.70	-11.10	0.10	-8.70	1.75	-87.00
1.80	-19.80	0.10	-5.30	1.85	-53.00
1.90	-25.10	0.10	-9.00	1.95	-90.00
2.00	-34.10	0.10	-8.90	2.05	-89.00
2.10	-43.00	0.10	-10.90	2.15	-109.00
2.20	-53.90	0.10	-12.30	2.25	-123.00
2.30	-66.20	0.10	-23.40	2.35	-234.00
2.40	-89.60	0.10	-36.80	2.45	-368.00
2.50	-126.40	0.10	-70.60	2.55	-706.00
2.60	-197.00	0.10	-35.00	2.65	-350.00
2.70	-232.00	0.10	-9.00	2.75	-90.00
2.80	-241.00	0.10	-10.00	2.85	-100.00
2.90	-251.00	0.10	-5.00	2.95	-50.00
3.00	-256.00	0.25	-9.00	3.13	-36.00
3.25	-265.00	0.25	-5.00	3.38	-20.00
3.50	-270.00	0.25	-4.00	3.63	-16.00
3.75	-274.00	0.25	-3.00	3.88	-12.00
4.00	-277.00	-4.00	277.00	2.00	-69.25

Tabla 41. Datos de 1er derivada de 1ra valoración de H₃PO₄

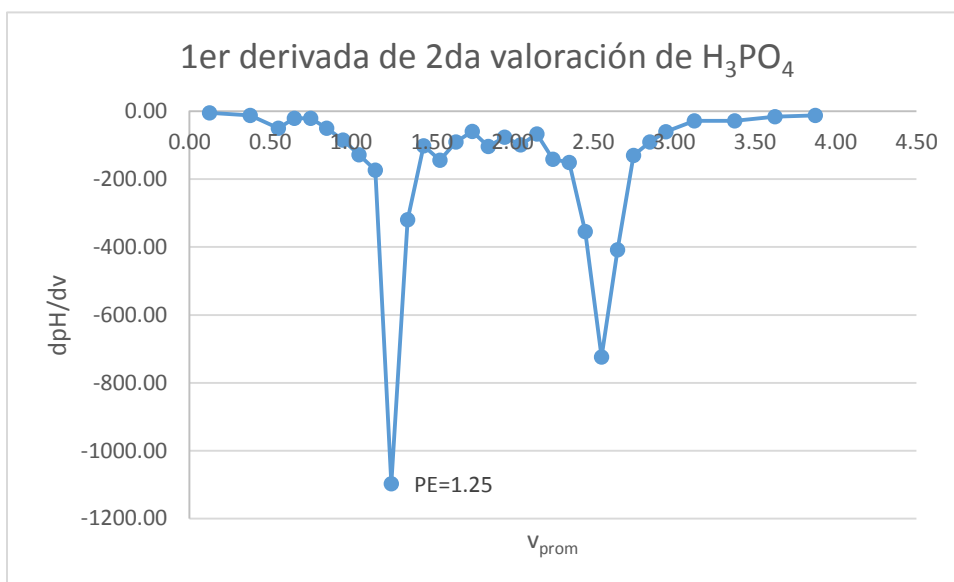


Grafica 32. 1er derivada de 1ra valoración de H_3PO_4

V (mL)	mV	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	223.00	0.25	-1.00	0.13	-4.00
0.25	222.00	0.25	-3.00	0.38	-12.00
0.50	219.00	0.10	-5.00	0.55	-50.00
0.60	214.00	0.10	-2.00	0.65	-20.00
0.70	212.00	0.10	-2.00	0.75	-20.00
0.80	210.00	0.10	-5.00	0.85	-50.00
0.90	205.00	0.10	-8.50	0.95	-85.00
1.00	196.50	0.10	-12.80	1.05	-128.00
1.10	183.70	0.10	-17.30	1.15	-173.00
1.20	166.40	0.10	-109.70	1.25	-1097.00
1.30	56.70	0.10	-31.90	1.35	-319.00
1.40	24.80	0.10	-10.20	1.45	-102.00
1.50	14.60	0.10	-14.40	1.55	-144.00
1.60	0.20	0.10	-9.00	1.65	-90.00
1.70	-8.80	0.10	-5.90	1.75	-59.00
1.80	-14.70	0.10	-10.30	1.85	-103.00
1.90	-25.00	0.10	-7.60	1.95	-76.00
2.00	-32.60	0.10	-9.90	2.05	-99.00
2.10	-42.50	0.10	-6.70	2.15	-67.00
2.20	-49.20	0.10	-14.10	2.25	-141.00
2.30	-63.30	0.10	-15.10	2.35	-151.00
2.40	-78.40	0.10	-35.40	2.45	-354.00
2.50	-113.80	0.10	-72.40	2.55	-724.00
2.60	-186.20	0.10	-40.80	2.65	-408.00

2.70	-227.00	0.10	-13.00	2.75	-130.00
2.80	-240.00	0.10	-9.00	2.85	-90.00
2.90	-249.00	0.10	-6.00	2.95	-60.00
3.00	-255.00	0.25	-7.00	3.13	-28.00
3.25	-262.00	0.25	-7.00	3.38	-28.00
3.50	-269.00	0.25	-4.00	3.63	-16.00
3.75	-273.00	0.25	-3.00	3.88	-12.00
4.00	-276.00	-4.00	276.00	2.00	-69.00

Tabla 42. Datos de 1er derivada de 2da valoración de H_3PO_4

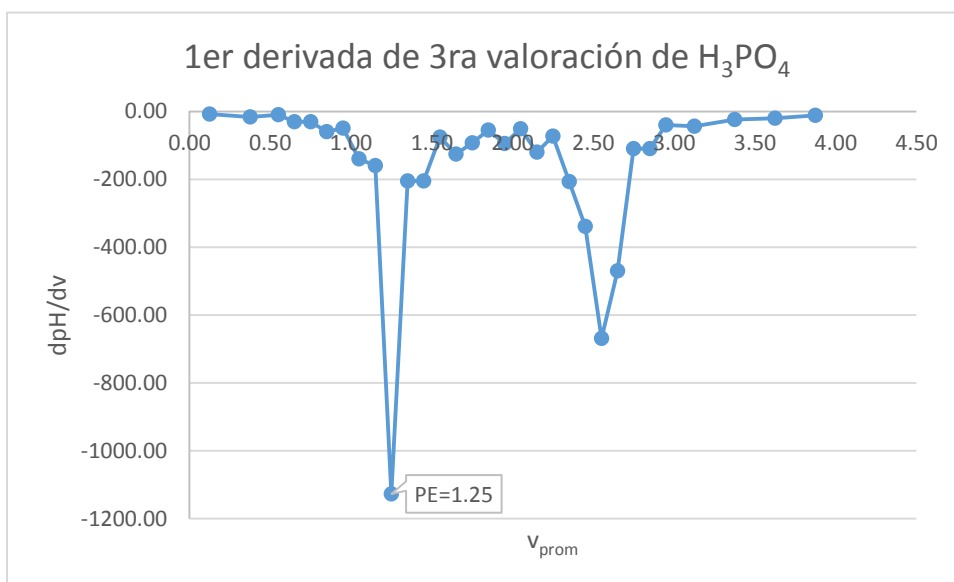


Grafica 33. 1er derivada de 2da valoración de H_3PO_4

V (mL)	mV	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	222.00	0.25	-2.00	0.13	-8.00
0.25	220.00	0.25	-4.00	0.38	-16.00
0.50	216.00	0.10	-1.00	0.55	-10.00
0.60	215.00	0.10	-3.00	0.65	-30.00
0.70	212.00	0.10	-3.00	0.75	-30.00
0.80	209.00	0.10	-6.00	0.85	-60.00
0.90	203.00	0.10	-4.90	0.95	-49.00
1.00	198.10	0.10	-14.00	1.05	-140.00
1.10	184.10	0.10	-16.00	1.15	-160.00
1.20	168.10	0.10	-112.70	1.25	-1127.00
1.30	55.40	0.10	-20.50	1.35	-205.00
1.40	34.90	0.10	-20.50	1.45	-205.00
1.50	14.40	0.10	-7.60	1.55	-76.00

1.60	6.80	0.10	-12.60	1.65	-126.00
1.70	-5.80	0.10	-9.30	1.75	-93.00
1.80	-15.10	0.10	-5.50	1.85	-55.00
1.90	-20.60	0.10	-9.50	1.95	-95.00
2.00	-30.10	0.10	-5.10	2.05	-51.00
2.10	-35.20	0.10	-12.00	2.15	-120.00
2.20	-47.20	0.10	-7.30	2.25	-73.00
2.30	-54.50	0.10	-20.70	2.35	-207.00
2.40	-75.20	0.10	-33.90	2.45	-339.00
2.50	-109.10	0.10	-66.90	2.55	-669.00
2.60	-176.00	0.10	-47.00	2.65	-470.00
2.70	-223.00	0.10	-11.00	2.75	-110.00
2.80	-234.00	0.10	-11.00	2.85	-110.00
2.90	-245.00	0.10	-4.00	2.95	-40.00
3.00	-249.00	0.25	-11.00	3.13	-44.00
3.25	-260.00	0.25	-6.00	3.38	-24.00
3.50	-266.00	0.25	-5.00	3.63	-20.00
3.75	-271.00	0.25	-3.00	3.88	-12.00
4.00	-274.00	-4.00	274.00	2.00	-68.50

Tabla 43. Datos de 1er derivada de 3er valoración de H_3PO_4

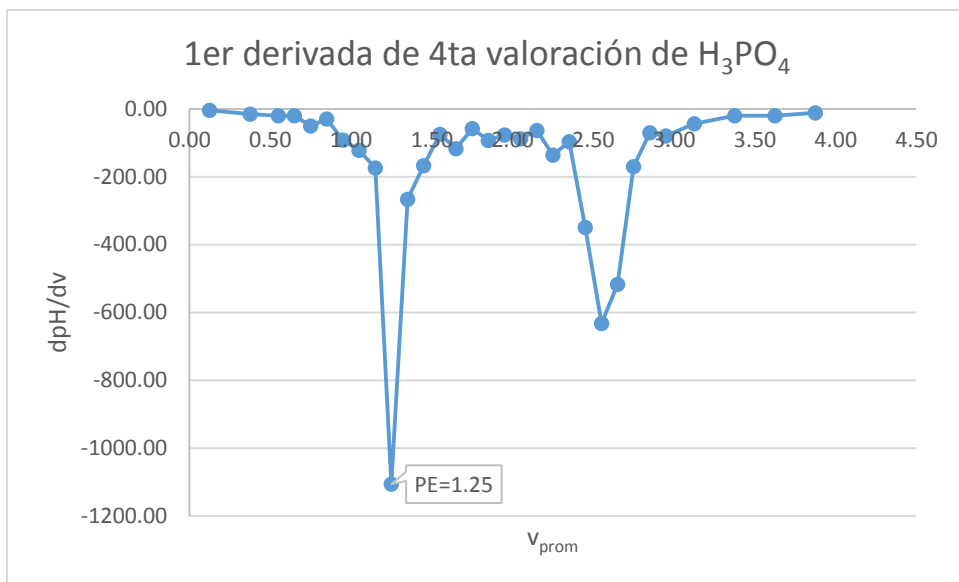


Grafica 34. 1er derivada de 3ra valoración de H_3PO_4

V (mL)	mV	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	222.00	0.25	-1.00	0.13	-4.00
0.25	221.00	0.25	-4.00	0.38	-16.00
0.50	217.00	0.10	-2.00	0.55	-20.00
0.60	215.00	0.10	-2.00	0.65	-20.00

0.70	213.00	0.10	-5.00	0.75	-50.00
0.80	208.00	0.10	-3.00	0.85	-30.00
0.90	205.00	0.10	-9.20	0.95	-92.00
1.00	195.80	0.10	-12.20	1.05	-122.00
1.10	183.60	0.10	-17.40	1.15	-174.00
1.20	166.20	0.10	-110.60	1.25	-1106.00
1.30	55.60	0.10	-26.60	1.35	-266.00
1.40	29.00	0.10	-16.70	1.45	-167.00
1.50	12.30	0.10	-7.50	1.55	-75.00
1.60	4.80	0.10	-11.70	1.65	-117.00
1.70	-6.90	0.10	-5.80	1.75	-58.00
1.80	-12.70	0.10	-9.30	1.85	-93.00
1.90	-22.00	0.10	-7.70	1.95	-77.00
2.00	-29.70	0.10	-8.80	2.05	-88.00
2.10	-38.50	0.10	-6.40	2.15	-64.00
2.20	-44.90	0.10	-13.60	2.25	-136.00
2.30	-58.50	0.10	-9.70	2.35	-97.00
2.40	-68.20	0.10	-34.90	2.45	-349.00
2.50	-103.10	0.10	-63.20	2.55	-632.00
2.60	-166.30	0.10	-51.70	2.65	-517.00
2.70	-218.00	0.10	-17.00	2.75	-170.00
2.80	-235.00	0.10	-7.00	2.85	-70.00
2.90	-242.00	0.10	-8.00	2.95	-80.00
3.00	-250.00	0.25	-11.00	3.13	-44.00
3.25	-261.00	0.25	-5.00	3.38	-20.00
3.50	-266.00	0.25	-5.00	3.63	-20.00
3.75	-271.00	0.25	-3.00	3.88	-12.00
4.00	-274.00	-4.00	274.00	2.00	-68.50

Tabla 44. Datos de 1er derivada de 4ta valoración de H_3PO_4

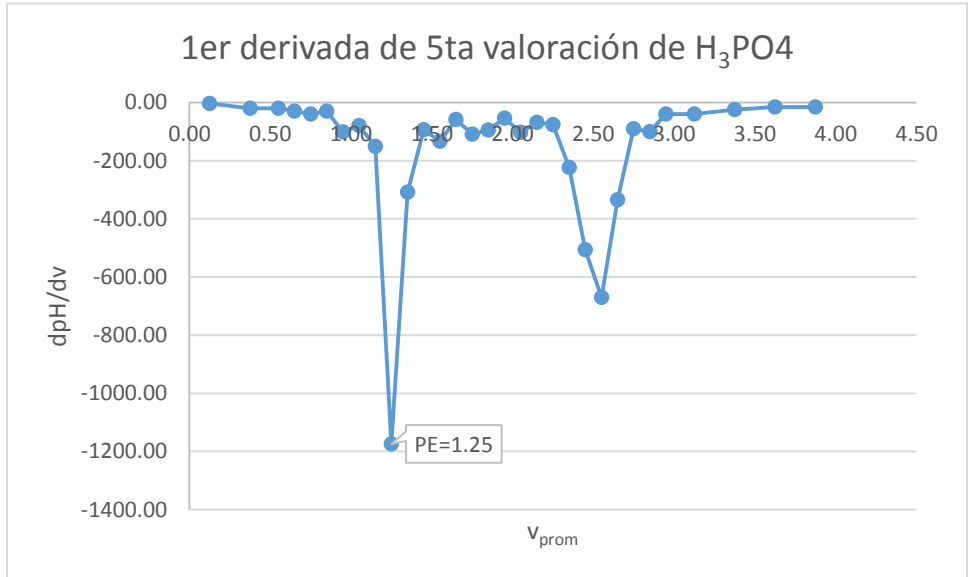


Grafica 35. 1er derivada de 4ta valoración de H_3PO_4

V (mL)	mV	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	222.00	0.25	-1.00	0.13	-4.00
0.25	221.00	0.25	-5.00	0.38	-20.00
0.50	216.00	0.10	-2.00	0.55	-20.00
0.60	214.00	0.10	-3.00	0.65	-30.00
0.70	211.00	0.10	-4.00	0.75	-40.00
0.80	207.00	0.10	-3.00	0.85	-30.00
0.90	204.00	0.10	-10.10	0.95	-101.00
1.00	193.90	0.10	-8.00	1.05	-80.00
1.10	185.90	0.10	-15.10	1.15	-151.00
1.20	170.80	0.10	-117.40	1.25	-1174.00
1.30	53.40	0.10	-30.80	1.35	-308.00
1.40	22.60	0.10	-9.40	1.45	-94.00
1.50	13.20	0.10	-13.30	1.55	-133.00
1.60	-0.10	0.10	-5.90	1.65	-59.00
1.70	-6.00	0.10	-10.90	1.75	-109.00
1.80	-16.90	0.10	-9.50	1.85	-95.00
1.90	-26.40	0.10	-5.40	1.95	-54.00
2.00	-31.80	0.10	-10.30	2.05	-103.00
2.10	-42.10	0.10	-6.80	2.15	-68.00
2.20	-48.90	0.10	-7.60	2.25	-76.00
2.30	-56.50	0.10	-22.40	2.35	-224.00
2.40	-78.90	0.10	-50.60	2.45	-506.00
2.50	-129.50	0.10	-67.00	2.55	-670.00
2.60	-196.50	0.10	-33.50	2.65	-335.00
2.70	-230.00	0.10	-9.00	2.75	-90.00

2.80	-239.00	0.10	-10.00	2.85	-100.00
2.90	-249.00	0.10	-4.00	2.95	-40.00
3.00	-253.00	0.25	-10.00	3.13	-40.00
3.25	-263.00	0.25	-6.00	3.38	-24.00
3.50	-269.00	0.25	-4.00	3.63	-16.00
3.75	-273.00	0.25	-4.00	3.88	-16.00
4.00	-277.00	-4.00	277.00	2.00	-69.25

Tabla 45. Datos de 1er derivada de 5ta valoración de H_3PO_4



Grafica 36. 1er derivada de 5ta valoración de H_3PO_4

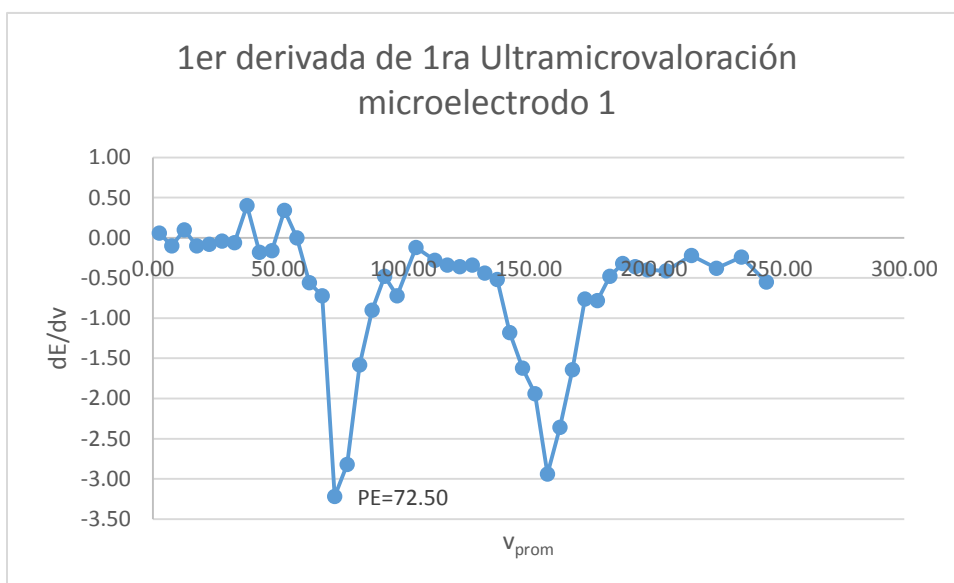
13 Anexo 5: Determinación de la concentración de H_3PO_4 con microelectrodos.

13.1 1ra Derivada H_3PO_4 microelectrodo 1

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	25.20	5.00	0.30	2.50	0.06
5.00	25.50	5.00	-0.50	7.50	-0.10
10.00	25.00	5.00	0.50	12.50	0.10
15.00	25.50	5.00	-0.50	17.50	-0.10
20.00	25.00	5.00	-0.40	22.50	-0.08
25.00	24.60	5.00	-0.20	27.50	-0.04
30.00	24.40	5.00	-0.30	32.50	-0.06
35.00	24.10	5.00	2.00	37.50	0.40
40.00	26.10	5.00	-0.90	42.50	-0.18
45.00	25.20	5.00	-0.80	47.50	-0.16
50.00	24.40	5.00	1.70	52.50	0.34
55.00	26.10	5.00	0.00	57.50	0.00
60.00	26.10	5.00	-2.80	62.50	-0.56
65.00	23.30	5.00	-3.60	67.50	-0.72
70.00	19.70	5.00	-16.10	72.50	-3.22
75.00	3.60	5.00	-14.10	77.50	-2.82
80.00	-10.50	5.00	-7.90	82.50	-1.58
85.00	-18.40	5.00	-4.50	87.50	-0.90
90.00	-22.90	5.00	-2.40	92.50	-0.48
95.00	-25.30	5.00	-3.60	97.50	-0.72
100.00	-28.90	10.00	-1.20	105.00	-0.12
110.00	-30.10	5.00	-1.40	112.50	-0.28
115.00	-31.50	5.00	-1.70	117.50	-0.34
120.00	-33.20	5.00	-1.80	122.50	-0.36
125.00	-35.00	5.00	-1.70	127.50	-0.34
130.00	-36.70	5.00	-2.20	132.50	-0.44
135.00	-38.90	5.00	-2.60	137.50	-0.52
140.00	-41.50	5.00	-5.90	142.50	-1.18
145.00	-47.40	5.00	-8.10	147.50	-1.62
150.00	-55.50	5.00	-9.70	152.50	-1.94
155.00	-65.20	5.00	-14.70	157.50	-2.94
160.00	-79.90	5.00	-11.80	162.50	-2.36
165.00	-91.70	5.00	-8.20	167.50	-1.64
170.00	-99.90	5.00	-3.80	172.50	-0.76
175.00	-103.70	5.00	-3.90	177.50	-0.78

180.00	-107.60	5.00	-2.40	182.50	-0.48
185.00	-110.00	5.00	-1.60	187.50	-0.32
190.00	-111.60	5.00	-1.80	192.50	-0.36
195.00	-113.40	5.00	-2.00	197.50	-0.40
200.00	-115.40	10.00	-4.10	205.00	-0.41
210.00	-119.50	10.00	-2.20	215.00	-0.22
220.00	-121.70	10.00	-3.80	225.00	-0.38
230.00	-125.50	10.00	-2.40	235.00	-0.24
240.00	-127.90	10.00	-5.50	245.00	-0.55
250.00	-133.40	-250.00	133.40	125.00	-0.53

Tabla 46. Datos de 1er derivada de 1ra Ultramicrovaloración microelectrodo 1

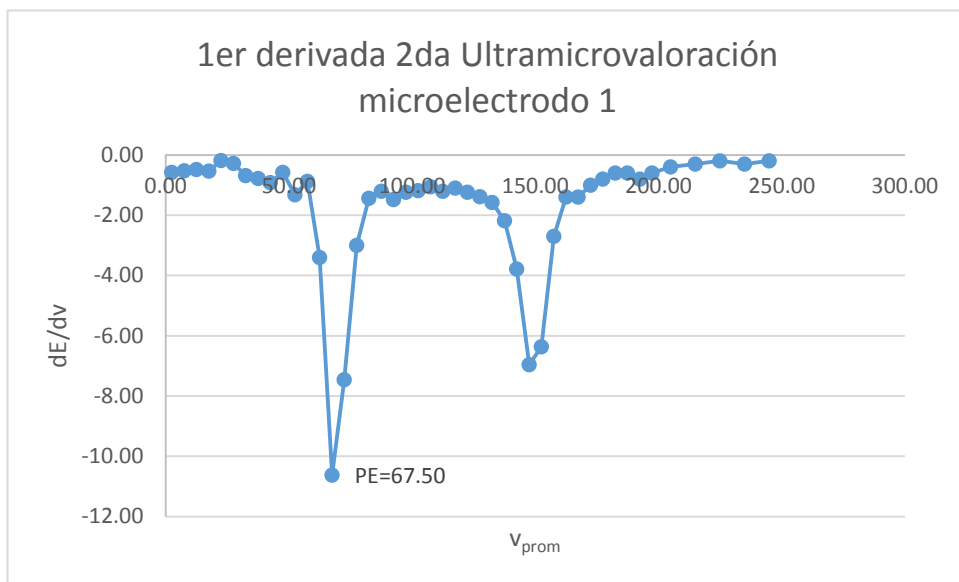


Grafica 37. 1ra derivada de 1ra ultramicrovaloración microelectrodo 1

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	139.50	5.00	-2.90	2.50	-0.58
5.00	136.60	5.00	-2.60	7.50	-0.52
10.00	134.00	5.00	-2.40	12.50	-0.48
15.00	131.60	5.00	-2.70	17.50	-0.54
20.00	128.90	5.00	-0.90	22.50	-0.18
25.00	128.00	5.00	-1.40	27.50	-0.28
30.00	126.60	5.00	-3.40	32.50	-0.68
35.00	123.20	5.00	-3.90	37.50	-0.78
40.00	119.30	5.00	-4.60	42.50	-0.92
45.00	114.70	5.00	-2.90	47.50	-0.58
50.00	111.80	5.00	-6.60	52.50	-1.32
55.00	105.20	5.00	-4.40	57.50	-0.88

60.00	100.80	5.00	-17.00	62.50	-3.40
65.00	83.80	5.00	-53.10	67.50	-10.62
70.00	30.70	5.00	-37.30	72.50	-7.46
75.00	-6.60	5.00	-15.00	77.50	-3.00
80.00	-21.60	5.00	-7.20	82.50	-1.44
85.00	-28.80	5.00	-6.00	87.50	-1.20
90.00	-34.80	5.00	-7.40	92.50	-1.48
95.00	-42.20	5.00	-6.20	97.50	-1.24
100.00	-48.40	5.00	-5.90	102.50	-1.18
105.00	-54.30	5.00	-5.30	107.50	-1.06
110.00	-59.60	5.00	-6.00	112.50	-1.20
115.00	-65.60	5.00	-5.50	117.50	-1.10
120.00	-71.10	5.00	-6.20	122.50	-1.24
125.00	-77.30	5.00	-6.90	127.50	-1.38
130.00	-84.20	5.00	-7.90	132.50	-1.58
135.00	-92.10	5.00	-10.90	137.50	-2.18
140.00	-103.00	5.00	-18.90	142.50	-3.78
145.00	-121.90	5.00	-34.80	147.50	-6.96
150.00	-156.70	5.00	-31.80	152.50	-6.36
155.00	-188.50	5.00	-13.50	157.50	-2.70
160.00	-202.00	5.00	-7.00	162.50	-1.40
165.00	-209.00	5.00	-7.00	167.50	-1.40
170.00	-216.00	5.00	-5.00	172.50	-1.00
175.00	-221.00	5.00	-4.00	177.50	-0.80
180.00	-225.00	5.00	-3.00	182.50	-0.60
185.00	-228.00	5.00	-3.00	187.50	-0.60
190.00	-231.00	5.00	-4.00	192.50	-0.80
195.00	-235.00	5.00	-3.00	197.50	-0.60
200.00	-238.00	10.00	-4.00	205.00	-0.40
210.00	-242.00	10.00	-3.00	215.00	-0.30
220.00	-245.00	10.00	-2.00	225.00	-0.20
230.00	-247.00	10.00	-3.00	235.00	-0.30
240.00	-250.00	10.00	-2.00	245.00	-0.20
250.00	-252.00	-250.00	252.00	125.00	-1.01

Tabla 47. Datos de 1er derivada de 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 1

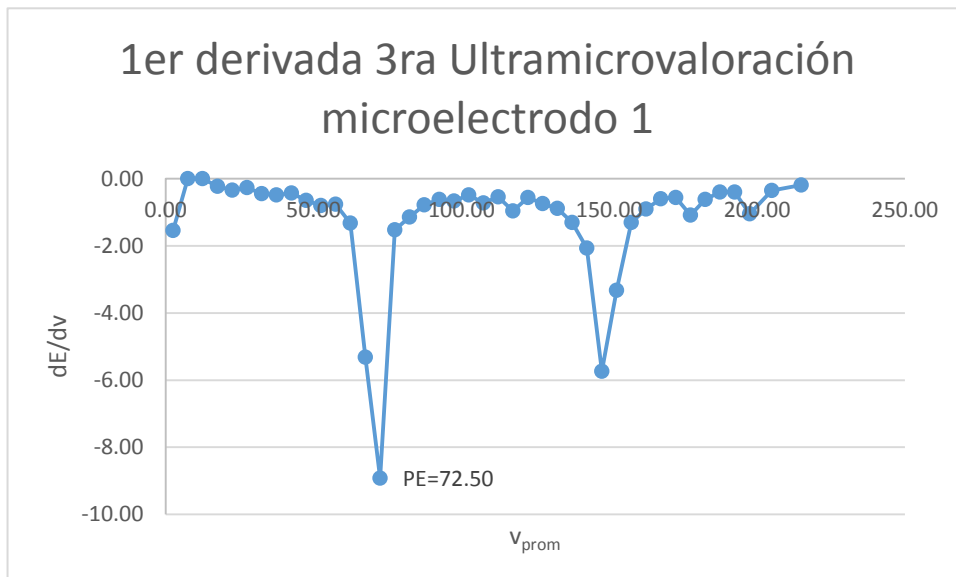


Grafica 38. 1er derivada 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 1

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	75.40	5.00	-7.70	2.50	-1.54
5.00	67.70	5.00	0.00	7.50	0.00
10.00	67.70	5.00	0.00	12.50	0.00
15.00	67.70	5.00	-1.10	17.50	-0.22
20.00	66.60	5.00	-1.70	22.50	-0.34
25.00	64.90	5.00	-1.30	27.50	-0.26
30.00	63.60	5.00	-2.20	32.50	-0.44
35.00	61.40	5.00	-2.40	37.50	-0.48
40.00	59.00	5.00	-2.10	42.50	-0.42
45.00	56.90	5.00	-3.20	47.50	-0.64
50.00	53.70	5.00	-4.00	52.50	-0.80
55.00	49.70	5.00	-3.80	57.50	-0.76
60.00	45.90	5.00	-6.60	62.50	-1.32
65.00	39.30	5.00	-26.60	67.50	-5.32
70.00	12.70	5.00	-44.60	72.50	-8.92
75.00	-31.90	5.00	-7.60	77.50	-1.52
80.00	-39.50	5.00	-5.70	82.50	-1.14
85.00	-45.20	5.00	-3.90	87.50	-0.78
90.00	-49.10	5.00	-3.10	92.50	-0.62
95.00	-52.20	5.00	-3.30	97.50	-0.66
100.00	-55.50	5.00	-2.40	102.50	-0.48
105.00	-57.90	5.00	-3.60	107.50	-0.72
110.00	-61.50	5.00	-2.70	112.50	-0.54
115.00	-64.20	5.00	-4.80	117.50	-0.96
120.00	-69.00	5.00	-2.80	122.50	-0.56

125.00	-71.80	5.00	-3.70	127.50	-0.74
130.00	-75.50	5.00	-4.40	132.50	-0.88
135.00	-79.90	5.00	-6.50	137.50	-1.30
140.00	-86.40	5.00	-10.30	142.50	-2.06
145.00	-96.70	5.00	-28.70	147.50	-5.74
150.00	-125.40	5.00	-16.60	152.50	-3.32
155.00	-142.00	5.00	-6.50	157.50	-1.30
160.00	-148.50	5.00	-4.50	162.50	-0.90
165.00	-153.00	5.00	-3.00	167.50	-0.60
170.00	-156.00	5.00	-2.80	172.50	-0.56
175.00	-158.80	5.00	-5.40	177.50	-1.08
180.00	-164.20	5.00	-3.10	182.50	-0.62
185.00	-167.30	5.00	-2.00	187.50	-0.40
190.00	-169.30	5.00	-2.00	192.50	-0.40
195.00	-171.30	5.00	-5.20	197.50	-1.04
200.00	-176.50	10.00	-3.50	205.00	-0.35
210.00	-180.00	10.00	-1.90	215.00	-0.19
220.00	-181.90	-220.00	181.90	110.00	-0.83

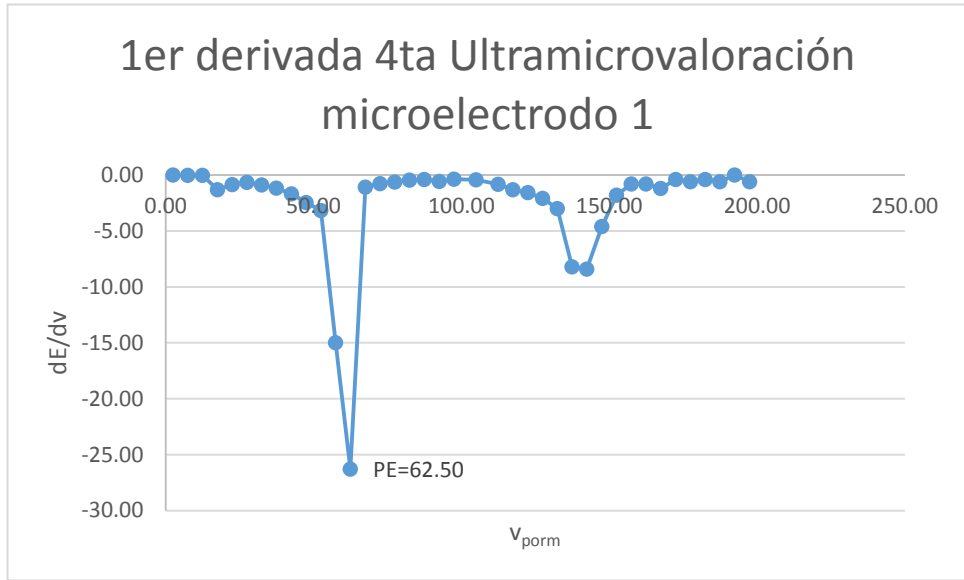
Tabla 48. Datos de 1er derivada de 3er Ultramicrovaloración microelectrodo 1



Grafica 39. 1er derivada 3ra Ultramicrovaloración microelectrodo 1

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	187.90	5.00	0.00	2.50	0.00
5.00	187.90	5.00	-0.20	7.50	-0.04
10.00	187.70	5.00	-0.20	12.50	-0.04
15.00	187.50	5.00	-6.60	17.50	-1.32
20.00	180.90	5.00	-4.30	22.50	-0.86
25.00	176.60	5.00	-3.30	27.50	-0.66
30.00	173.30	5.00	-4.50	32.50	-0.90
35.00	168.80	5.00	-5.80	37.50	-1.16
40.00	163.00	5.00	-8.50	42.50	-1.70
45.00	154.50	5.00	-12.30	47.50	-2.46
50.00	142.20	5.00	-15.90	52.50	-3.18
55.00	126.30	5.00	-75.00	57.50	-15.00
60.00	51.30	5.00	-131.40	62.50	-26.28
65.00	-80.10	5.00	-5.50	67.50	-1.10
70.00	-85.60	5.00	-3.80	72.50	-0.76
75.00	-89.40	5.00	-3.20	77.50	-0.64
80.00	-92.60	5.00	-2.30	82.50	-0.46
85.00	-94.90	5.00	-2.00	87.50	-0.40
90.00	-96.90	5.00	-2.80	92.50	-0.56
95.00	-99.70	5.00	-1.80	97.50	-0.36
100.00	-101.50	10.00	-4.30	105.00	-0.43
110.00	-105.80	5.00	-4.20	112.50	-0.84
115.00	-110.00	5.00	-6.60	117.50	-1.32
120.00	-116.60	5.00	-7.90	122.50	-1.58
125.00	-124.50	5.00	-10.50	127.50	-2.10
130.00	-135.00	5.00	-15.00	132.50	-3.00
135.00	-150.00	5.00	-41.00	137.50	-8.20
140.00	-191.00	5.00	-42.00	142.50	-8.40
145.00	-233.00	5.00	-23.00	147.50	-4.60
150.00	-256.00	5.00	-9.00	152.50	-1.80
155.00	-265.00	5.00	-4.00	157.50	-0.80
160.00	-269.00	5.00	-4.00	162.50	-0.80
165.00	-273.00	5.00	-6.00	167.50	-1.20
170.00	-279.00	5.00	-2.00	172.50	-0.40
175.00	-281.00	5.00	-3.00	177.50	-0.60
180.00	-284.00	5.00	-2.00	182.50	-0.40
185.00	-286.00	5.00	-3.00	187.50	-0.60
190.00	-289.00	5.00	0.00	192.50	0.00
195.00	-289.00	5.00	-3.00	197.50	-0.60
200.00	-292.00	-200.00	292.00	100.00	-1.46

Tabla 49. Datos de 1er derivada de 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 1

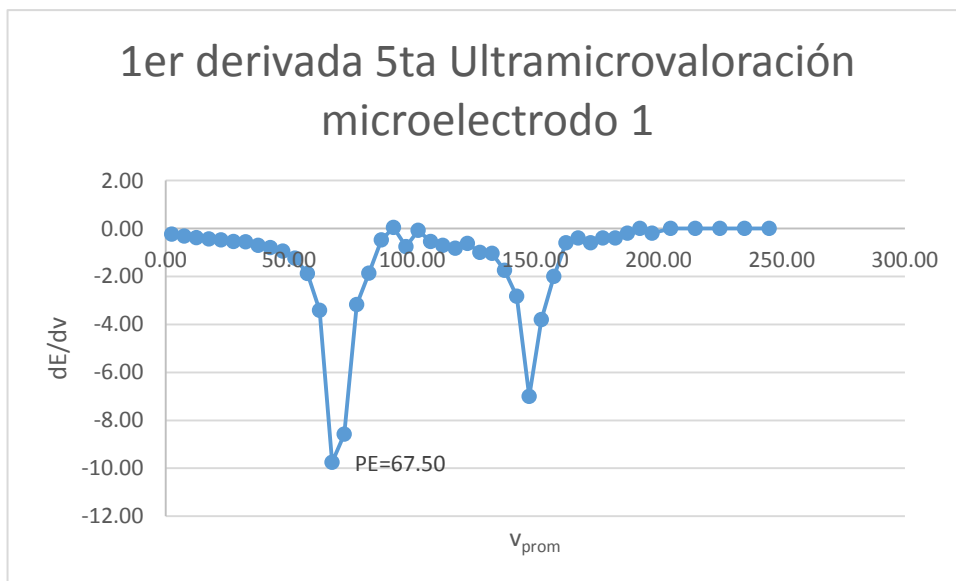


Grafica 40. 1er derivada 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 1

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	21.40	5.00	-1.20	2.50	-0.24
5.00	20.20	5.00	-1.60	7.50	-0.32
10.00	18.60	5.00	-1.90	12.50	-0.38
15.00	16.70	5.00	-2.20	17.50	-0.44
20.00	14.50	5.00	-2.40	22.50	-0.48
25.00	12.10	5.00	-2.70	27.50	-0.54
30.00	9.40	5.00	-2.80	32.50	-0.56
35.00	6.60	5.00	-3.50	37.50	-0.70
40.00	3.10	5.00	-4.00	42.50	-0.80
45.00	-0.90	5.00	-4.70	47.50	-0.94
50.00	-5.60	5.00	-6.20	52.50	-1.24
55.00	-11.80	5.00	-9.40	57.50	-1.88
60.00	-21.20	5.00	-17.10	62.50	-3.42
65.00	-38.30	5.00	-48.80	67.50	-9.76
70.00	-87.10	5.00	-42.90	72.50	-8.58
75.00	-130.00	5.00	-15.90	77.50	-3.18
80.00	-145.90	5.00	-9.30	82.50	-1.86
85.00	-155.20	5.00	-2.40	87.50	-0.48
90.00	-157.60	5.00	0.20	92.50	0.04
95.00	-157.40	5.00	-3.80	97.50	-0.76
100.00	-161.20	5.00	-0.40	102.50	-0.08
105.00	-161.60	5.00	-2.70	107.50	-0.54
110.00	-164.30	5.00	-3.50	112.50	-0.70
115.00	-167.80	5.00	-4.10	117.50	-0.82
120.00	-171.90	5.00	-3.10	122.50	-0.62

125.00	-175.00	5.00	-5.00	127.50	-1.00
130.00	-180.00	5.00	-5.20	132.50	-1.04
135.00	-185.20	5.00	-8.70	137.50	-1.74
140.00	-193.90	5.00	-14.10	142.50	-2.82
145.00	-208.00	5.00	-35.00	147.50	-7.00
150.00	-243.00	5.00	-19.00	152.50	-3.80
155.00	-262.00	5.00	-10.00	157.50	-2.00
160.00	-272.00	5.00	-3.00	162.50	-0.60
165.00	-275.00	5.00	-2.00	167.50	-0.40
170.00	-277.00	5.00	-3.00	172.50	-0.60
175.00	-280.00	5.00	-2.00	177.50	-0.40
180.00	-282.00	5.00	-2.00	182.50	-0.40
185.00	-284.00	5.00	-1.00	187.50	-0.20
190.00	-285.00	5.00	0.00	192.50	0.00
195.00	-285.00	5.00	-1.00	197.50	-0.20
200.00	-286.00	10.00	0.00	205.00	0.00
210.00	-286.00	10.00	0.00	215.00	0.00
220.00	-286.00	10.00	0.00	225.00	0.00
230.00	-286.00	10.00	0.00	235.00	0.00
240.00	-286.00	10.00	0.00	245.00	0.00
250.00	-286.00	-250.00	286.00	125.00	-1.14

Tabla 50. Datos de 1er derivada de 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 1



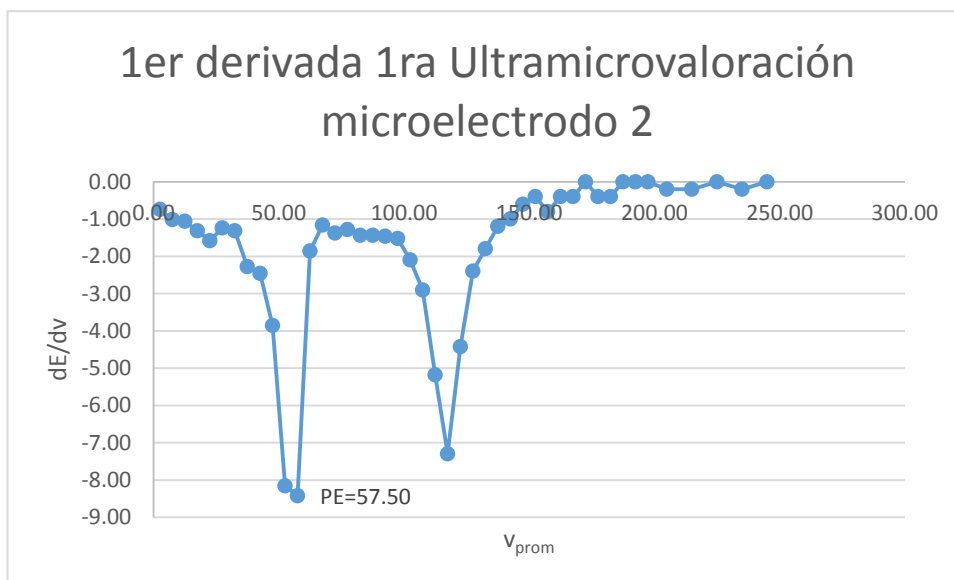
Grafica 41. 1er derivada 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 1

13.2 1ra Derivada H₃PO₄ microelectrodo 2

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	130.50	5.00	-3.70	2.50	-0.74
5.00	126.80	5.00	-5.10	7.50	-1.02
10.00	121.70	5.00	-5.30	12.50	-1.06
15.00	116.40	5.00	-6.60	17.50	-1.32
20.00	109.80	5.00	-7.90	22.50	-1.58
25.00	101.90	5.00	-6.20	27.50	-1.24
30.00	95.70	5.00	-6.60	32.50	-1.32
35.00	89.10	5.00	-11.40	37.50	-2.28
40.00	77.70	5.00	-12.30	42.50	-2.46
45.00	65.40	5.00	-19.30	47.50	-3.86
50.00	46.10	5.00	-40.80	52.50	-8.16
55.00	5.30	5.00	-42.10	57.50	-8.42
60.00	-36.80	5.00	-9.30	62.50	-1.86
65.00	-46.10	5.00	-5.80	67.50	-1.16
70.00	-51.90	5.00	-6.90	72.50	-1.38
75.00	-58.80	5.00	-6.40	77.50	-1.28
80.00	-65.20	5.00	-7.20	82.50	-1.44
85.00	-72.40	5.00	-7.20	87.50	-1.44
90.00	-79.60	5.00	-7.30	92.50	-1.46
95.00	-86.90	5.00	-7.60	97.50	-1.52
100.00	-94.50	5.00	-10.50	102.50	-2.10
105.00	-105.00	5.00	-14.50	107.50	-2.90
110.00	-119.50	5.00	-25.90	112.50	-5.18
115.00	-145.40	5.00	-36.50	117.50	-7.30
120.00	-181.90	5.00	-22.10	122.50	-4.42
125.00	-204.00	5.00	-12.00	127.50	-2.40
130.00	-216.00	5.00	-9.00	132.50	-1.80
135.00	-225.00	5.00	-6.00	137.50	-1.20
140.00	-231.00	5.00	-5.00	142.50	-1.00
145.00	-236.00	5.00	-3.00	147.50	-0.60
150.00	-239.00	5.00	-2.00	152.50	-0.40
155.00	-241.00	5.00	-4.00	157.50	-0.80
160.00	-245.00	5.00	-2.00	162.50	-0.40
165.00	-247.00	5.00	-2.00	167.50	-0.40
170.00	-249.00	5.00	0.00	172.50	0.00
175.00	-249.00	5.00	-2.00	177.50	-0.40
180.00	-251.00	5.00	-2.00	182.50	-0.40
185.00	-253.00	5.00	0.00	187.50	0.00

190.00	-253.00	5.00	0.00	192.50	0.00
195.00	-253.00	5.00	0.00	197.50	0.00
200.00	-253.00	10.00	-2.00	205.00	-0.20
210.00	-255.00	10.00	-2.00	215.00	-0.20
220.00	-257.00	10.00	0.00	225.00	0.00
230.00	-257.00	10.00	-2.00	235.00	-0.20
240.00	-259.00	10.00	0.00	245.00	0.00
250.00	-259.00	-250.00	259.00	125.00	-1.04

Tabla 51. Datos de 1er derivada de 1er Ultramicrovaloración microelectrodo 2

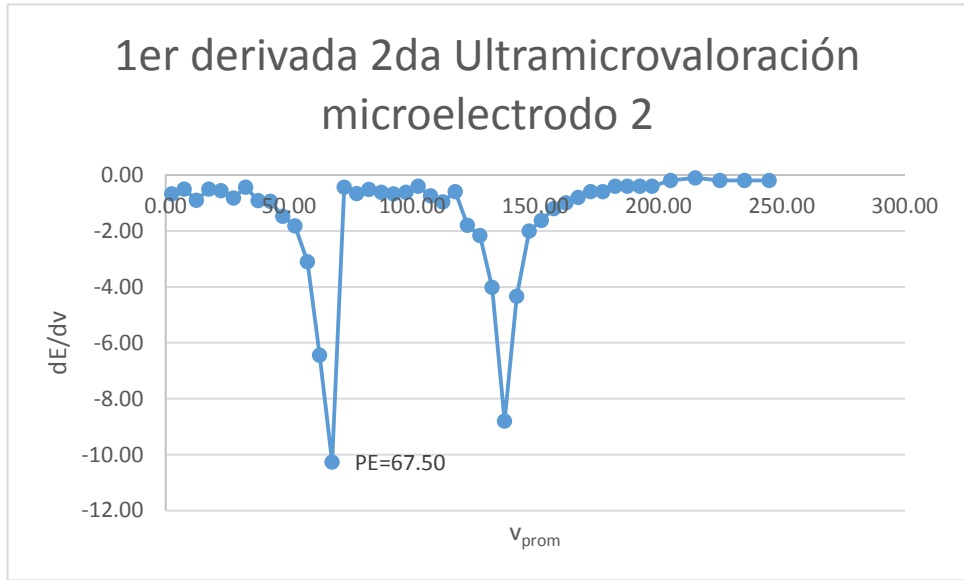


Grafica 42. 1er derivada 1ra Ultramicrovaloración microelectrodo 2

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	97.70	5.00	-3.40	2.50	-0.68
5.00	94.30	5.00	-2.50	7.50	-0.50
10.00	91.80	5.00	-4.50	12.50	-0.90
15.00	87.30	5.00	-2.50	17.50	-0.50
20.00	84.80	5.00	-2.80	22.50	-0.56
25.00	82.00	5.00	-4.10	27.50	-0.82
30.00	77.90	5.00	-2.20	32.50	-0.44
35.00	75.70	5.00	-4.60	37.50	-0.92
40.00	71.10	5.00	-4.70	42.50	-0.94
45.00	66.40	5.00	-7.40	47.50	-1.48
50.00	59.00	5.00	-9.10	52.50	-1.82
55.00	49.90	5.00	-15.50	57.50	-3.10
60.00	34.40	5.00	-32.20	62.50	-6.44

65.00	2.20	5.00	-51.30	67.50	-10.26
70.00	-49.10	5.00	-2.20	72.50	-0.44
75.00	-51.30	5.00	-3.30	77.50	-0.66
80.00	-54.60	5.00	-2.60	82.50	-0.52
85.00	-57.20	5.00	-3.10	87.50	-0.62
90.00	-60.30	5.00	-3.40	92.50	-0.68
95.00	-63.70	5.00	-3.10	97.50	-0.62
100.00	-66.80	5.00	-2.00	102.50	-0.40
105.00	-68.80	5.00	-3.70	107.50	-0.74
110.00	-72.50	5.00	-4.80	112.50	-0.96
115.00	-77.30	5.00	-3.00	117.50	-0.60
120.00	-80.30	5.00	-9.00	122.50	-1.80
125.00	-89.30	5.00	-10.80	127.50	-2.16
130.00	-100.10	5.00	-20.10	132.50	-4.02
135.00	-120.20	5.00	-44.00	137.50	-8.80
140.00	-164.20	5.00	-21.70	142.50	-4.34
145.00	-185.90	5.00	-10.00	147.50	-2.00
150.00	-195.90	5.00	-8.10	152.50	-1.62
155.00	-204.00	5.00	-6.00	157.50	-1.20
160.00	-210.00	5.00	-5.00	162.50	-1.00
165.00	-215.00	5.00	-4.00	167.50	-0.80
170.00	-219.00	5.00	-3.00	172.50	-0.60
175.00	-222.00	5.00	-3.00	177.50	-0.60
180.00	-225.00	5.00	-2.00	182.50	-0.40
185.00	-227.00	5.00	-2.00	187.50	-0.40
190.00	-229.00	5.00	-2.00	192.50	-0.40
195.00	-231.00	5.00	-2.00	197.50	-0.40
200.00	-233.00	10.00	-2.00	205.00	-0.20
210.00	-235.00	10.00	-1.00	215.00	-0.10
220.00	-236.00	10.00	-2.00	225.00	-0.20
230.00	-238.00	10.00	-2.00	235.00	-0.20
240.00	-240.00	10.00	-2.00	245.00	-0.20
250.00	-242.00	-250.00	242.00	125.00	-0.97

Tabla 52. Datos de 1er derivada de 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 2

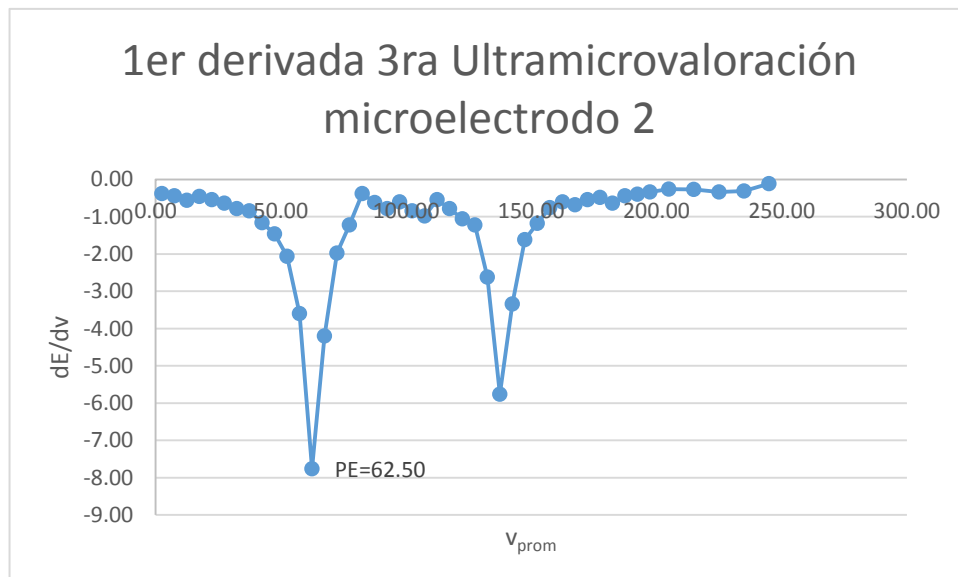


Grafica 43. 1er derivada 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 2

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	118.50	5.00	-1.90	2.50	-0.38
5.00	116.60	5.00	-2.20	7.50	-0.44
10.00	114.40	5.00	-2.80	12.50	-0.56
15.00	111.60	5.00	-2.30	17.50	-0.46
20.00	109.30	5.00	-2.70	22.50	-0.54
25.00	106.60	5.00	-3.20	27.50	-0.64
30.00	103.40	5.00	-3.90	32.50	-0.78
35.00	99.50	5.00	-4.20	37.50	-0.84
40.00	95.30	5.00	-5.80	42.50	-1.16
45.00	89.50	5.00	-7.30	47.50	-1.46
50.00	82.20	5.00	-10.30	52.50	-2.06
55.00	71.90	5.00	-18.00	57.50	-3.60
60.00	53.90	5.00	-38.80	62.50	-7.76
65.00	15.10	5.00	-21.00	67.50	-4.20
70.00	-5.90	5.00	-9.90	72.50	-1.98
75.00	-15.80	5.00	-6.10	77.50	-1.22
80.00	-21.90	5.00	-1.90	82.50	-0.38
85.00	-23.80	5.00	-3.10	87.50	-0.62
90.00	-26.90	5.00	-3.90	92.50	-0.78
95.00	-30.80	5.00	-3.00	97.50	-0.60
100.00	-33.80	5.00	-4.20	102.50	-0.84
105.00	-38.00	5.00	-4.90	107.50	-0.98
110.00	-42.90	5.00	-2.70	112.50	-0.54
115.00	-45.60	5.00	-3.90	117.50	-0.78
120.00	-49.50	5.00	-5.30	122.50	-1.06

125.00	-54.80	5.00	-6.10	127.50	-1.22
130.00	-60.90	5.00	-13.10	132.50	-2.62
135.00	-74.00	5.00	-28.80	137.50	-5.76
140.00	-102.80	5.00	-16.70	142.50	-3.34
145.00	-119.50	5.00	-8.10	147.50	-1.62
150.00	-127.60	5.00	-5.90	152.50	-1.18
155.00	-133.50	5.00	-3.80	157.50	-0.76
160.00	-137.30	5.00	-3.00	162.50	-0.60
165.00	-140.30	5.00	-3.40	167.50	-0.68
170.00	-143.70	5.00	-2.70	172.50	-0.54
175.00	-146.40	5.00	-2.40	177.50	-0.48
180.00	-148.80	5.00	-3.20	182.50	-0.64
185.00	-152.00	5.00	-2.20	187.50	-0.44
190.00	-154.20	5.00	-2.00	192.50	-0.40
195.00	-156.20	5.00	-1.70	197.50	-0.34
200.00	-157.90	10.00	-2.60	205.00	-0.26
210.00	-160.50	10.00	-2.70	215.00	-0.27
220.00	-163.20	10.00	-3.40	225.00	-0.34
230.00	-166.60	10.00	-3.10	235.00	-0.31
240.00	-169.70	10.00	-1.10	245.00	-0.11
250.00	-170.80	-250.00	170.80	125.00	-0.68

Tabla 53. Datos de 1er derivada de 3er Ultramicrovaloración microelectrodo 2

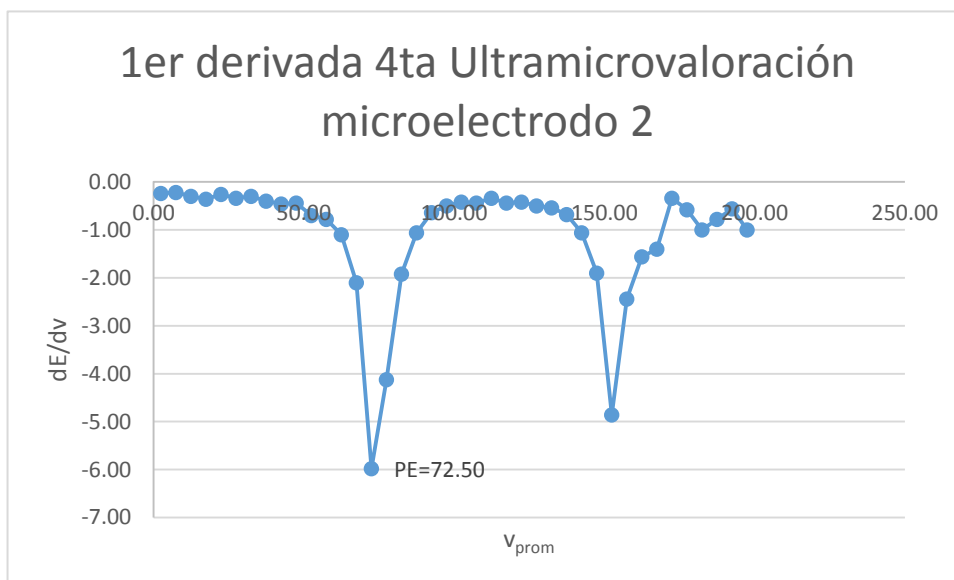


Grafica 44. 1er derivada 3ra Ultramicrovaloración microelectrodo 2

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	25.30	5.00	-1.20	2.50	-0.24
5.00	24.10	5.00	-1.10	7.50	-0.22
10.00	23.00	5.00	-1.50	12.50	-0.30
15.00	21.50	5.00	-1.80	17.50	-0.36
20.00	19.70	5.00	-1.30	22.50	-0.26
25.00	18.40	5.00	-1.70	27.50	-0.34
30.00	16.70	5.00	-1.50	32.50	-0.30
35.00	15.20	5.00	-2.00	37.50	-0.40
40.00	13.20	5.00	-2.30	42.50	-0.46
45.00	10.90	5.00	-2.20	47.50	-0.44
50.00	8.70	5.00	-3.50	52.50	-0.70
55.00	5.20	5.00	-3.90	57.50	-0.78
60.00	1.30	5.00	-5.50	62.50	-1.10
65.00	-4.20	5.00	-10.50	67.50	-2.10
70.00	-14.70	5.00	-29.90	72.50	-5.98
75.00	-44.60	5.00	-20.60	77.50	-4.12
80.00	-65.20	5.00	-9.60	82.50	-1.92
85.00	-74.80	5.00	-5.30	87.50	-1.06
90.00	-80.10	5.00	-3.20	92.50	-0.64
95.00	-83.30	5.00	-2.50	97.50	-0.50
100.00	-85.80	5.00	-2.10	102.50	-0.42
105.00	-87.90	5.00	-2.20	107.50	-0.44
110.00	-90.10	5.00	-1.70	112.50	-0.34
115.00	-91.80	5.00	-2.20	117.50	-0.44
120.00	-94.00	5.00	-2.10	122.50	-0.42
125.00	-96.10	5.00	-2.50	127.50	-0.50
130.00	-98.60	5.00	-2.70	132.50	-0.54
135.00	-101.30	5.00	-3.40	137.50	-0.68
140.00	-104.70	5.00	-5.30	142.50	-1.06
145.00	-110.00	5.00	-9.50	147.50	-1.90
150.00	-119.50	5.00	-24.30	152.50	-4.86
155.00	-143.80	5.00	-12.20	157.50	-2.44
160.00	-156.00	5.00	-7.80	162.50	-1.56
165.00	-163.80	5.00	-7.00	167.50	-1.40
170.00	-170.80	5.00	-1.70	172.50	-0.34
175.00	-172.50	5.00	-2.90	177.50	-0.58
180.00	-175.40	5.00	-5.00	182.50	-1.00
185.00	-180.40	5.00	-3.90	187.50	-0.78
190.00	-184.30	5.00	-2.80	192.50	-0.56
195.00	-187.10	5.00	-5.00	197.50	-1.00

200.00	-192.10	10.00	-9.90	205.00	-0.99
210.00	-202.00	-210.00	202.00	105.00	-0.96

Tabla 54. Datos de 1er derivada de 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 2

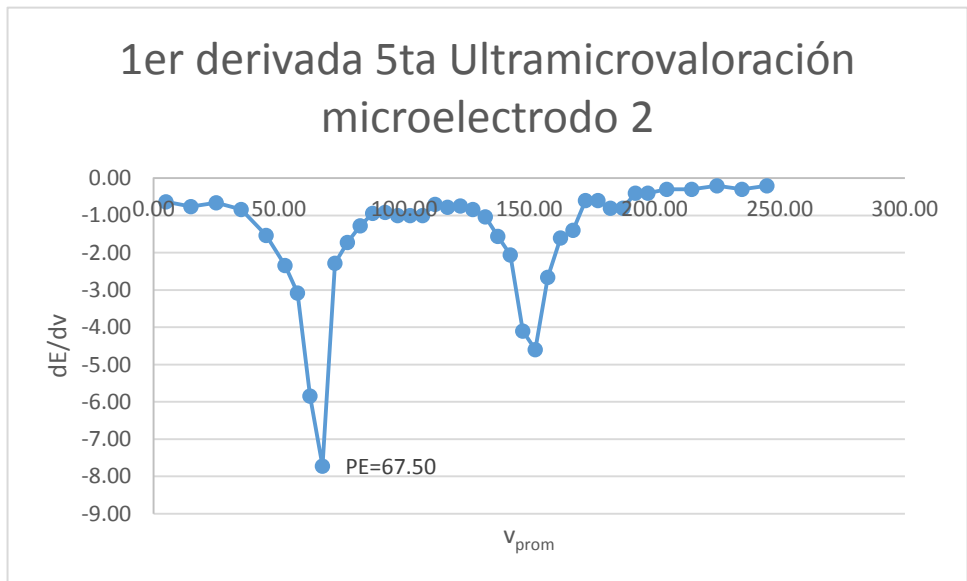


Grafica 45. 1er derivada 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 2

V (μ L)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	81.20	10.00	-6.30	5.00	-0.63
10.00	74.90	10.00	-7.60	15.00	-0.76
20.00	67.30	10.00	-6.60	25.00	-0.66
30.00	60.70	10.00	-8.40	35.00	-0.84
40.00	52.30	10.00	-15.30	45.00	-1.53
50.00	37.00	5.00	-11.70	52.50	-2.34
55.00	25.30	5.00	-15.40	57.50	-3.08
60.00	9.90	5.00	-29.20	62.50	-5.84
65.00	-19.30	5.00	-38.60	67.50	-7.72
70.00	-57.90	5.00	-11.40	72.50	-2.28
75.00	-69.30	5.00	-8.60	77.50	-1.72
80.00	-77.90	5.00	-6.40	82.50	-1.28
85.00	-84.30	5.00	-4.70	87.50	-0.94
90.00	-89.00	5.00	-4.60	92.50	-0.92
95.00	-93.60	5.00	-5.00	97.50	-1.00
100.00	-98.60	5.00	-5.00	102.50	-1.00
105.00	-103.60	5.00	-5.00	107.50	-1.00
110.00	-108.60	5.00	-3.50	112.50	-0.70
115.00	-112.10	5.00	-3.90	117.50	-0.78
120.00	-116.00	5.00	-3.70	122.50	-0.74
125.00	-119.70	5.00	-4.20	127.50	-0.84

130.00	-123.90	5.00	-5.20	132.50	-1.04
135.00	-129.10	5.00	-7.80	137.50	-1.56
140.00	-136.90	5.00	-10.30	142.50	-2.06
145.00	-147.20	5.00	-20.50	147.50	-4.10
150.00	-167.70	5.00	-23.00	152.50	-4.60
155.00	-190.70	5.00	-13.30	157.50	-2.66
160.00	-204.00	5.00	-8.00	162.50	-1.60
165.00	-212.00	5.00	-7.00	167.50	-1.40
170.00	-219.00	5.00	-3.00	172.50	-0.60
175.00	-222.00	5.00	-3.00	177.50	-0.60
180.00	-225.00	5.00	-4.00	182.50	-0.80
185.00	-229.00	5.00	-4.00	187.50	-0.80
190.00	-233.00	5.00	-2.00	192.50	-0.40
195.00	-235.00	5.00	-2.00	197.50	-0.40
200.00	-237.00	10.00	-3.00	205.00	-0.30
210.00	-240.00	10.00	-3.00	215.00	-0.30
220.00	-243.00	10.00	-2.00	225.00	-0.20
230.00	-245.00	10.00	-3.00	235.00	-0.30
240.00	-248.00	10.00	-2.00	245.00	-0.20
250.00	-250.00	-250.00	250.00	125.00	-1.00

Tabla 55. Datos de 1er derivada de 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 2



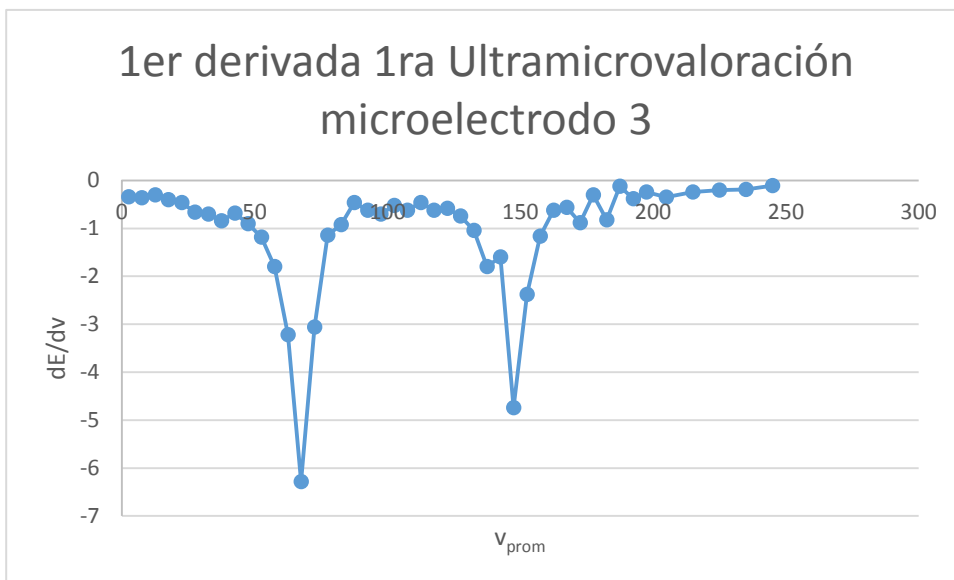
Grafica 46. 1er derivada 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 2

13.3 1ra Derivada H₃PO₄ electrodo 3

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	37.80	5	-1.7	2.5	-0.34
5.00	36.10	5	-1.8	7.5	-0.36
10.00	34.30	5	-1.5	12.5	-0.3
15.00	32.80	5	-2	17.5	-0.4
20.00	30.80	5	-2.3	22.5	-0.46
25.00	28.50	5	-3.3	27.5	-0.66
30.00	25.20	5	-3.5	32.5	-0.7
35.00	21.70	5	-4.2	37.5	-0.84
40.00	17.50	5	-3.4	42.5	-0.68
45.00	14.10	5	-4.5	47.5	-0.9
50.00	9.60	5	-5.9	52.5	-1.18
55.00	3.70	5	-9	57.5	-1.8
60.00	-5.30	5	-16.1	62.5	-3.22
65.00	-21.40	5	-31.4	67.5	-6.28
70.00	-52.80	5	-15.3	72.5	-3.06
75.00	-68.10	5	-5.7	77.5	-1.14
80.00	-73.80	5	-4.6	82.5	-0.92
85.00	-78.40	5	-2.3	87.5	-0.46
90.00	-80.70	5	-3.1	92.5	-0.62
95.00	-83.80	5	-3.5	97.5	-0.7
100.00	-87.30	5	-2.6	102.5	-0.52
105.00	-89.90	5	-3.1	107.5	-0.62
110.00	-93.00	5	-2.3	112.5	-0.46
115.00	-95.30	5	-3.1	117.5	-0.62
120.00	-98.40	5	-2.9	122.5	-0.58
125.00	-101.30	5	-3.7	127.5	-0.74
130.00	-105.00	5	-5.2	132.5	-1.04
135.00	-110.20	5	-9	137.5	-1.8
140.00	-119.20	5	-8	142.5	-1.6
145.00	-127.20	5	-23.7	147.5	-4.74
150.00	-150.90	5	-11.9	152.5	-2.38
155.00	-162.80	5	-5.8	157.5	-1.16
160.00	-168.60	5	-3.1	162.5	-0.62
165.00	-171.70	5	-2.8	167.5	-0.56
170.00	-174.50	5	-4.4	172.5	-0.88
175.00	-178.90	5	-1.5	177.5	-0.3
180.00	-180.40	5	-4.1	182.5	-0.82
185.00	-184.50	5	-0.6	187.5	-0.12

190.00	-185.10	5	-1.9	192.5	-0.38
195.00	-187.00	5	-1.2	197.5	-0.24
200.00	-188.20	10	-3.5	205	-0.35
210.00	-191.70	10	-2.4	215	-0.24
220.00	-194.10	10	-2	225	-0.2
230.00	-196.10	10	-1.9	235	-0.19
240.00	-198.00	10	-1.1	245	-0.11
250.00	-199.10	-250	199.1	125	-0.7964

Tabla 56. Datos de 1er derivada de 1ra Ultramicrovaloración microelectrodo 3

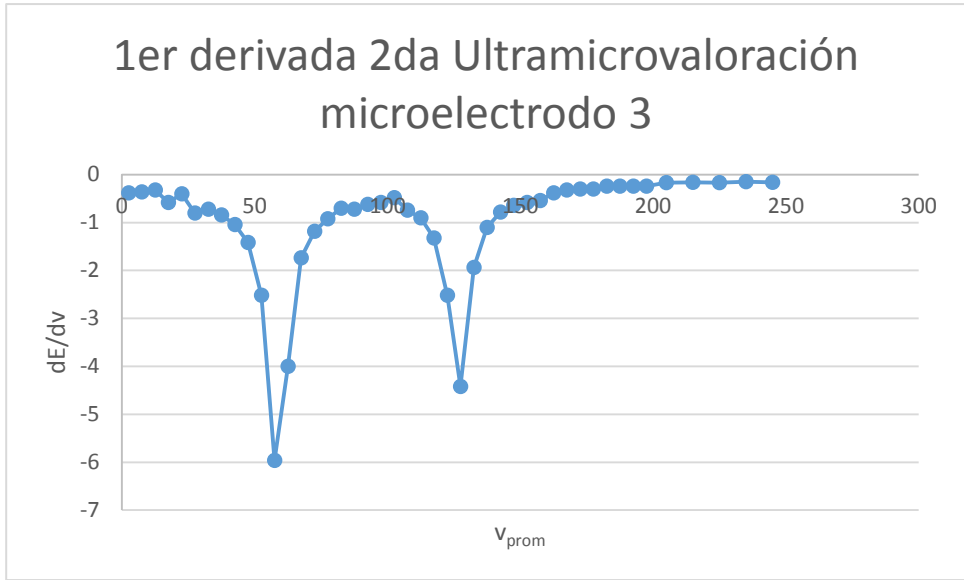


Grafica 47. 1er derivada 1ra Ultramicrovaloración microelectrodo 3

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	37.30	5	-1.9	2.5	-0.38
5.00	35.40	5	-1.8	7.5	-0.36
10.00	33.60	5	-1.6	12.5	-0.32
15.00	32.00	5	-2.9	17.5	-0.58
20.00	29.10	5	-2	22.5	-0.4
25.00	27.10	5	-4	27.5	-0.8
30.00	23.10	5	-3.6	32.5	-0.72
35.00	19.50	5	-4.2	37.5	-0.84
40.00	15.30	5	-5.2	42.5	-1.04
45.00	10.10	5	-7.1	47.5	-1.42
50.00	3.00	5	-12.6	52.5	-2.52
55.00	-9.60	5	-29.8	57.5	-5.96
60.00	-39.40	5	-20	62.5	-4
65.00	-59.40	5	-8.7	67.5	-1.74
70.00	-68.10	5	-5.9	72.5	-1.18

75.00	-74.00	5	-4.6	77.5	-0.92
80.00	-78.60	5	-3.5	82.5	-0.7
85.00	-82.10	5	-3.6	87.5	-0.72
90.00	-85.70	5	-3.1	92.5	-0.62
95.00	-88.80	5	-2.9	97.5	-0.58
100.00	-91.70	5	-2.4	102.5	-0.48
105.00	-94.10	5	-3.7	107.5	-0.74
110.00	-97.80	5	-4.5	112.5	-0.9
115.00	-102.30	5	-6.6	117.5	-1.32
120.00	-108.90	5	-12.6	122.5	-2.52
125.00	-121.50	5	-22.1	127.5	-4.42
130.00	-143.60	5	-9.7	132.5	-1.94
135.00	-153.30	5	-5.5	137.5	-1.1
140.00	-158.80	5	-3.9	142.5	-0.78
145.00	-162.70	5	-3.2	147.5	-0.64
150.00	-165.90	5	-2.9	152.5	-0.58
155.00	-168.80	5	-2.7	157.5	-0.54
160.00	-171.50	5	-1.9	162.5	-0.38
165.00	-173.40	5	-1.6	167.5	-0.32
170.00	-175.00	5	-1.5	172.5	-0.3
175.00	-176.50	5	-1.5	177.5	-0.3
180.00	-178.00	5	-1.2	182.5	-0.24
185.00	-179.20	5	-1.2	187.5	-0.24
190.00	-180.40	5	-1.2	192.5	-0.24
195.00	-181.60	5	-1.2	197.5	-0.24
200.00	-182.80	10	-1.7	205	-0.17
210.00	-184.50	10	-1.6	215	-0.16
220.00	-186.10	10	-1.7	225	-0.17
230.00	-187.80	10	-1.5	235	-0.15
240.00	-189.30	10	-1.6	245	-0.16
250.00	-190.90	-250	190.9	125	-0.7636

Tabla 57. Datos de 1er derivada de 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 3

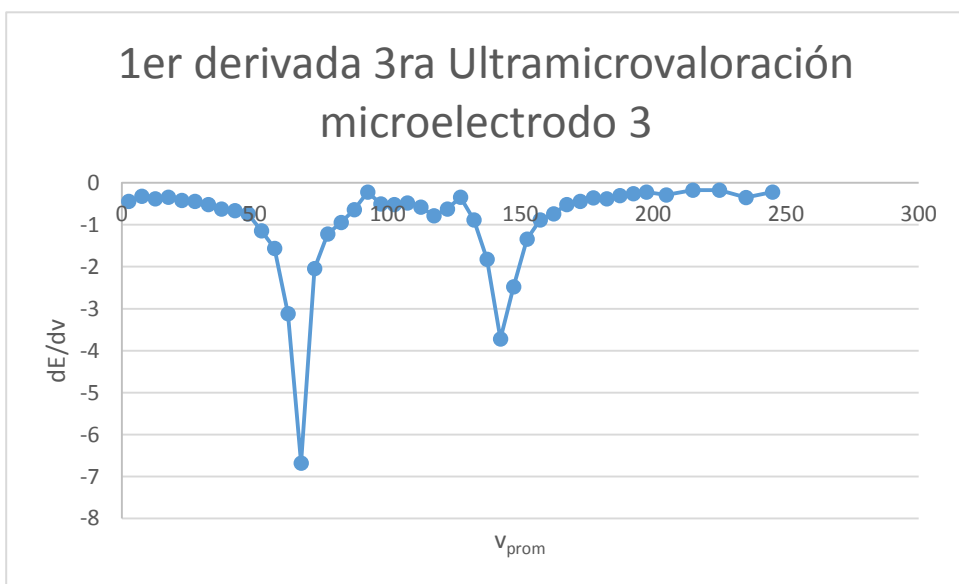


Grafica 48. 1er derivada 2da Ultramicrovaloración microelectrodo 3

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	118.80	5	-2.2	2.5	-0.44
5.00	116.60	5	-1.6	7.5	-0.32
10.00	115.00	5	-1.9	12.5	-0.38
15.00	113.10	5	-1.7	17.5	-0.34
20.00	111.40	5	-2.1	22.5	-0.42
25.00	109.30	5	-2.2	27.5	-0.44
30.00	107.10	5	-2.6	32.5	-0.52
35.00	104.50	5	-3.1	37.5	-0.62
40.00	101.40	5	-3.3	42.5	-0.66
45.00	98.10	5	-3.7	47.5	-0.74
50.00	94.40	5	-5.7	52.5	-1.14
55.00	88.70	5	-7.8	57.5	-1.56
60.00	80.90	5	-15.6	62.5	-3.12
65.00	65.30	5	-33.4	67.5	-6.68
70.00	31.90	5	-10.2	72.5	-2.04
75.00	21.70	5	-6.1	77.5	-1.22
80.00	15.60	5	-4.7	82.5	-0.94
85.00	10.90	5	-3.2	87.5	-0.64
90.00	7.70	5	-1.1	92.5	-0.22
95.00	6.60	5	-2.5	97.5	-0.5
100.00	4.10	5	-2.6	102.5	-0.52
105.00	1.50	5	-2.4	107.5	-0.48
110.00	-0.90	5	-2.9	112.5	-0.58
115.00	-3.80	5	-3.9	117.5	-0.78

120.00	-7.70	5	-3.1	122.5	-0.62
125.00	-10.80	5	-1.7	127.5	-0.34
130.00	-12.50	5	-4.4	132.5	-0.88
135.00	-16.90	5	-9.1	137.5	-1.82
140.00	-26.00	5	-18.6	142.5	-3.72
145.00	-44.60	5	-12.4	147.5	-2.48
150.00	-57.00	5	-6.7	152.5	-1.34
155.00	-63.70	5	-4.4	157.5	-0.88
160.00	-68.10	5	-3.7	162.5	-0.74
165.00	-71.80	5	-2.6	167.5	-0.52
170.00	-74.40	5	-2.2	172.5	-0.44
175.00	-76.60	5	-1.8	177.5	-0.36
180.00	-78.40	5	-1.9	182.5	-0.38
185.00	-80.30	5	-1.5	187.5	-0.3
190.00	-81.80	5	-1.3	192.5	-0.26
195.00	-83.10	5	-1.1	197.5	-0.22
200.00	-84.20	10	-2.9	205	-0.29
210.00	-87.10	10	-1.7	215	-0.17
220.00	-88.80	10	-1.7	225	-0.17
230.00	-90.50	10	-3.5	235	-0.35
240.00	-94.00	10	-2.2	245	-0.22
250.00	-96.20	-250	96.2	125	-0.3848

Tabla 58. Datos de 1er derivada de 3ra Ultramicrovaloración microelectrodo 3

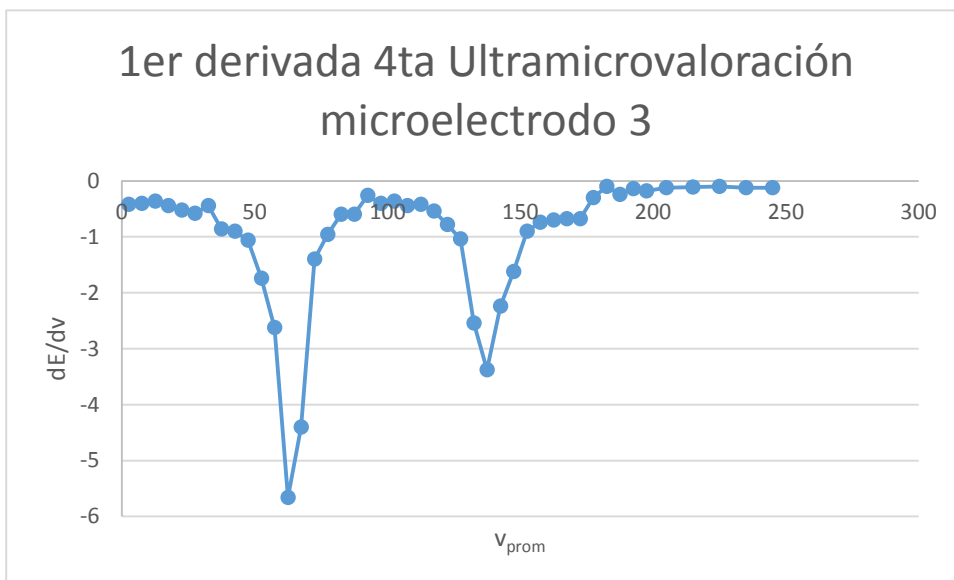


Grafica 49. 1er derivada 3ra Ultramicrovaloración microelectrodo 3

V (μL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	69.20	5	-2.1	2.5	-0.42
5.00	67.10	5	-2	7.5	-0.4
10.00	65.10	5	-1.8	12.5	-0.36
15.00	63.30	5	-2.2	17.5	-0.44
20.00	61.10	5	-2.6	22.5	-0.52
25.00	58.50	5	-2.9	27.5	-0.58
30.00	55.60	5	-2.2	32.5	-0.44
35.00	53.40	5	-4.3	37.5	-0.86
40.00	49.10	5	-4.5	42.5	-0.9
45.00	44.60	5	-5.3	47.5	-1.06
50.00	39.30	5	-8.7	52.5	-1.74
55.00	30.60	5	-13.1	57.5	-2.62
60.00	17.50	5	-28.3	62.5	-5.66
65.00	-10.80	5	-22	67.5	-4.4
70.00	-32.80	5	-7	72.5	-1.4
75.00	-39.80	5	-4.8	77.5	-0.96
80.00	-44.60	5	-3	82.5	-0.6
85.00	-47.60	5	-3	87.5	-0.6
90.00	-50.60	5	-1.3	92.5	-0.26
95.00	-51.90	5	-2	97.5	-0.4
100.00	-53.90	5	-1.8	102.5	-0.36
105.00	-55.70	5	-2.2	107.5	-0.44
110.00	-57.90	5	-2.1	112.5	-0.42
115.00	-60.00	5	-2.7	117.5	-0.54
120.00	-62.70	5	-3.9	122.5	-0.78
125.00	-66.60	5	-5.2	127.5	-1.04
130.00	-71.80	5	-12.7	132.5	-2.54
135.00	-84.50	5	-16.9	137.5	-3.38
140.00	-101.40	5	-11.2	142.5	-2.24
145.00	-112.60	5	-8.1	147.5	-1.62
150.00	-120.70	5	-4.5	152.5	-0.9
155.00	-125.20	5	-3.7	157.5	-0.74
160.00	-128.90	5	-3.5	162.5	-0.7
165.00	-132.40	5	-3.4	167.5	-0.68
170.00	-135.80	5	-3.4	172.5	-0.68
175.00	-139.20	5	-1.5	177.5	-0.3
180.00	-140.70	5	-0.5	182.5	-0.1
185.00	-141.20	5	-1.2	187.5	-0.24
190.00	-142.40	5	-0.7	192.5	-0.14
195.00	-143.10	5	-0.9	197.5	-0.18

200.00	-144.00	10	-1.2	205	-0.12
210.00	-145.20	10	-1.1	215	-0.11
220.00	-146.30	10	-1	225	-0.1
230.00	-147.30	10	-1.2	235	-0.12
240.00	-148.50	10	-1.2	245	-0.12
250.00	-149.70	-250	149.7	125	-0.5988

Tabla 59. Datos de 1er derivada de 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 3

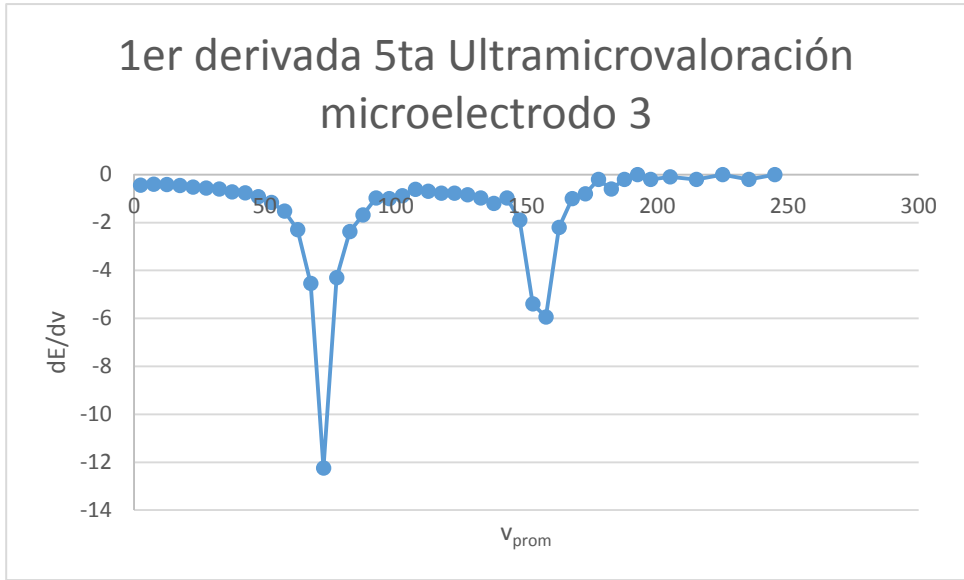


Grafica 50. 1er derivada 4ta Ultramicrovaloración microelectrodo 3

V (mL)	E (mV)	dv	dE	(v1+v2)/2	DE/DV
0.00	78.50	5	-2.2	2.5	-0.44
5.00	76.30	5	-2	7.5	-0.4
10.00	74.30	5	-2.1	12.5	-0.42
15.00	72.20	5	-2.3	17.5	-0.46
20.00	69.90	5	-2.6	22.5	-0.52
25.00	67.30	5	-2.8	27.5	-0.56
30.00	64.50	5	-3	32.5	-0.6
35.00	61.50	5	-3.6	37.5	-0.72
40.00	57.90	5	-3.8	42.5	-0.76
45.00	54.10	5	-4.6	47.5	-0.92
50.00	49.50	5	-5.8	52.5	-1.16
55.00	43.70	5	-7.6	57.5	-1.52
60.00	36.10	5	-11.5	62.5	-2.3
65	24.6	5	-22.7	67.5	-4.54
70	1.9	5	-61.2	72.5	-12.24

75	-59.3	5	-21.5	77.5	-4.3
80	-80.8	5	-11.9	82.5	-2.38
85	-92.7	5	-8.4	87.5	-1.68
90	-101.1	5	-4.9	92.5	-0.98
95	-106	5	-5	97.5	-1
100	-111	5	-4.4	102.5	-0.88
105	-115.4	5	-3.1	107.5	-0.62
110	-118.5	5	-3.5	112.5	-0.7
115	-122	5	-3.9	117.5	-0.78
120	-125.9	5	-3.9	122.5	-0.78
125	-129.8	5	-4.2	127.5	-0.84
130	-134	5	-4.9	132.5	-0.98
135	-138.9	5	-6	137.5	-1.2
140	-144.9	5	-4.9	142.5	-0.98
145	-149.8	5	-9.5	147.5	-1.9
150	-159.3	5	-27	152.5	-5.4
155	-186.3	5	-29.7	157.5	-5.94
160	-216	5	-11	162.5	-2.2
165	-227	5	-5	167.5	-1
170	-232	5	-4	172.5	-0.8
175	-236	5	-1	177.5	-0.2
180	-237	5	-3	182.5	-0.6
185	-240	5	-1	187.5	-0.2
190	-241	5	0	192.5	0
195	-241	5	-1	197.5	-0.2
200	-242	10	-1	205	-0.1
210	-243	10	-2	215	-0.2
220	-245	10	0	225	0
230	-245	10	-2	235	-0.2
240	-247	10	0	245	0
250	-247	-250	247	125	-0.988

Tabla 60. Datos de 1er derivada de 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 3



Grafica 51. 1er derivada 5ta Ultramicrovaloración microelectrodo 3

14 Anexo 6: Análisis estadístico de la t de Student

14.1 Microelectrodo 1

$PE_j (\mu\text{L})$	$PE_i(\text{mL})$	$PE_j(\text{mL})$	$(PE_j - \bar{PE}_{\text{Microelectrodo 1}})^2$	$(PE_i)(f)$	$(PE_i - \bar{PE}_{\text{Electrodo Concencional}})^2$
67.50	1.25	0.0675	1.00E-06	0.08	0.00
72.50	1.25	0.0725	1.60E-05	0.08	0.00
72.50	1.25	0.0725	1.60E-05	0.08	0.00
67.50	1.25	0.0675	1.00E-06	0.08	0.00
62.50	1.25	0.0625	3.60E-05	0.08	0.00

Tabla 61. Datos para cálculos de varianza del microelectrodo 1

$\bar{PE}_{\text{Electrodo Armado}}$	$\bar{PE}_{\text{Electrodo Concencional}}$	n1	n2	$\sum_{\text{Microelectrodo1}}$	$\sum_{\text{Electrodo Concencional}}$	s	t
0.07	0.08	5	5	7.00E-05	0.00	2.96E-03	3.47

Tabla 62. Calculo de t student para el microelectrodo 1

14.2 Microelectrodo 3

$PE_j (\mu\text{L})$	$PE_i(\text{mL})$	$PE_j(\text{mL})$	$(PE_j - \bar{PE}_{\text{Microelectrodo3}})^2$	$(PE_i)(f)$	$(PE_i - \bar{PE}_{\text{Electrodo Concencional}})^2$
67.50	1.25	0.0675	4.00E-06	0.08	0.00
57.50	1.25	0.0575	6.40E-05	0.08	0.00
67.50	1.25	0.0675	4.00E-06	0.08	0.00
72.50	1.25	0.0725	4.90E-05	0.08	0.00
62.50	1.25	0.0625	9.00E-06	0.08	0.00

Tabla 63. Datos para cálculos de varianza con datos del microelectrodo 3

$\bar{PE}_{\text{Electrodo Armado}}$	$\bar{PE}_{\text{Electrodo Concencional}}$	n1	n2	$\sum_{\text{Microelectrodo3}}$	$\sum_{\text{Electrodo Concencional}}$	s	t
0.07	0.08	5	5	1.30E-04	0.00	4.03E-03	3.73

Tabla 64. Calculo de t student para microelectrodo 3